

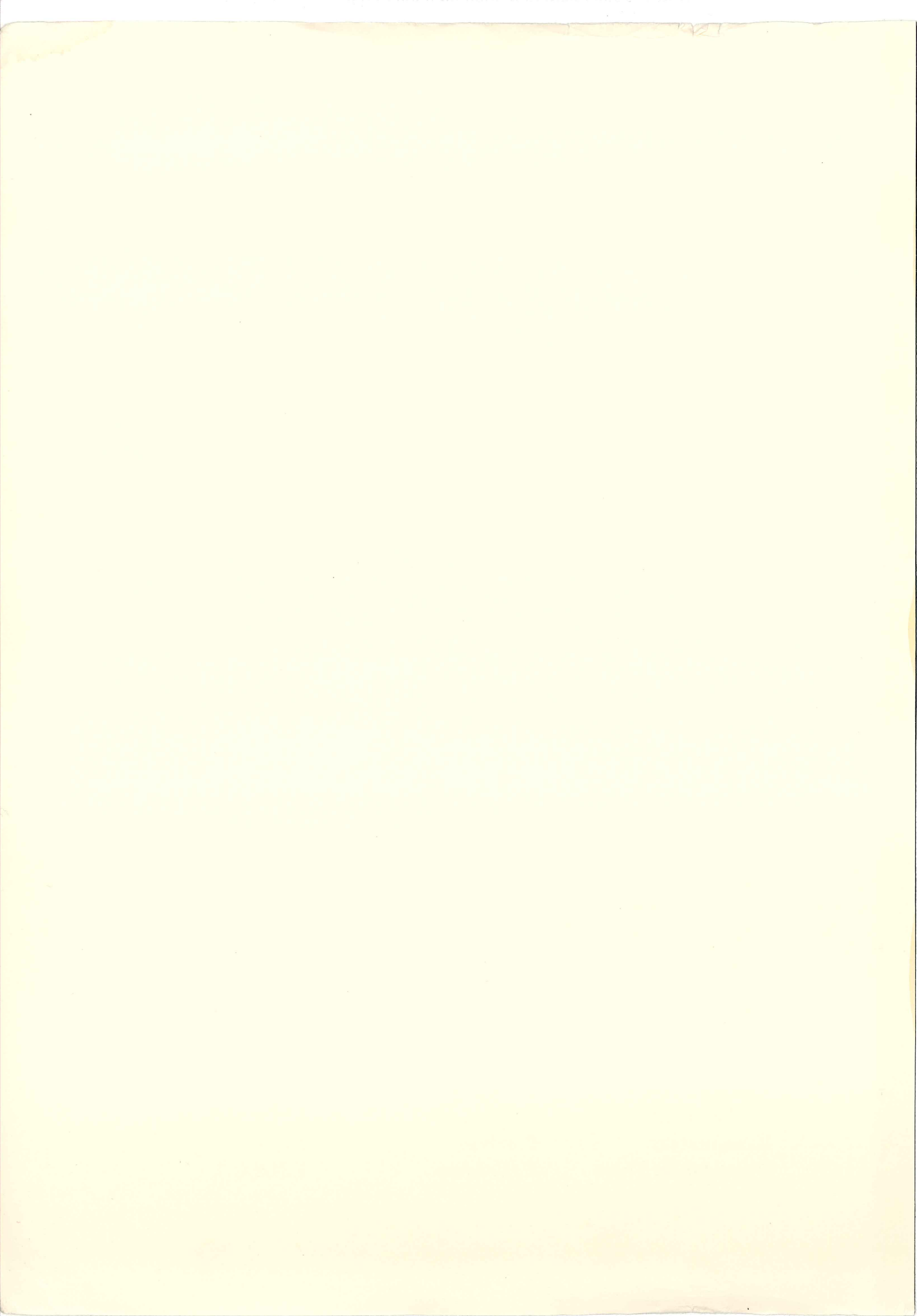
THESE
présentée à
L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS
par
ANNE-FRANCOISE GOURGUES
pour obtenir le titre de
DOCTEUR EN SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

INTERACTIONS MECANIQUE-OXYDATION A HAUTE TEMPERATURE
DANS L'ALLIAGE 600 :
APPLICATION A LA FISSURATION DANS LE MILIEU PRIMAIRE
DES REACTEURS NUCLEAIRES A FAU SOUS PRESSION

Figures

soutenue le 5 septembre 1997 devant le jury composé de :

Président	T. Magnin	E.N.S.M.S.E.
Rapporteur	C. Prioul	E.C.P.
Rapporteur	P. Combrade	FRAMATOME
Examineur	P. Scott	FRAMATOME
Examineur	P. Chartier	B.C.C.N.
Examineur	A. Pineau	E.N.S.M.P.
Examineur	P. Pilvin	E.C.P.
Directeur de Thèse	E. Andrieu	E.N.S.C.T.



Ph. PILVIN

PRESENTATION DES MATERIAUX

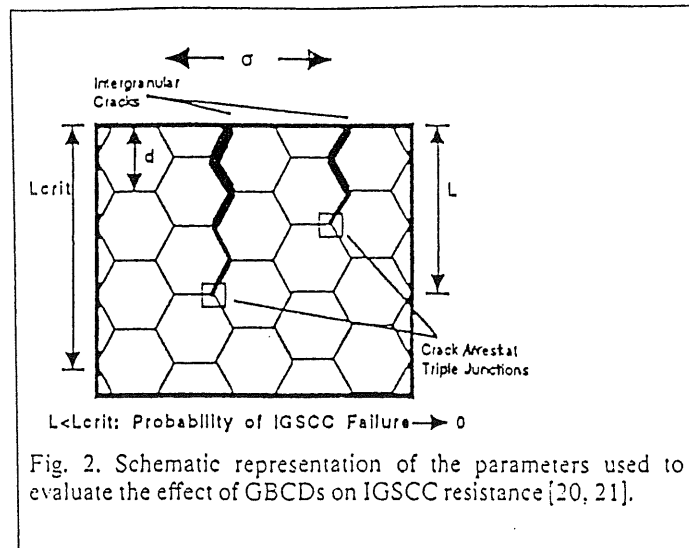


Fig. 2. Schematic representation of the parameters used to evaluate the effect of GBCDs on IGSCC resistance [20, 21].

Figure A-1 : Paramètres du modèle de Aust et coll. [1994]

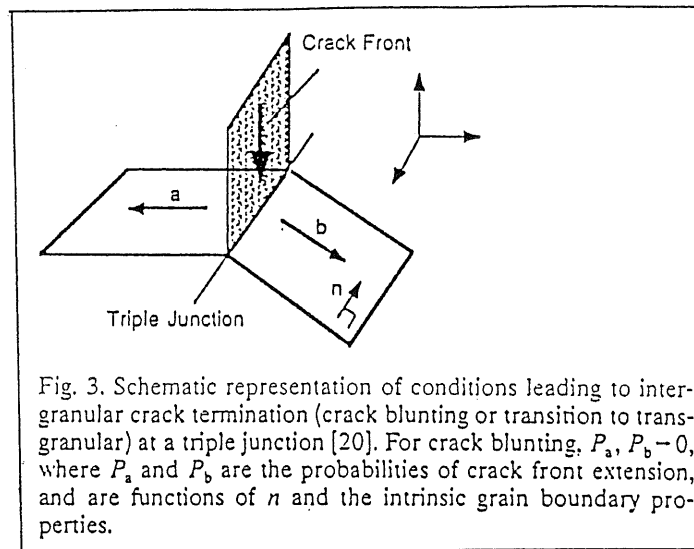


Fig. 3. Schematic representation of conditions leading to intergranular crack termination (crack blunting or transition to transgranular) at a triple junction [20]. For crack blunting, $P_a, P_b \rightarrow 0$, where P_a and P_b are the probabilities of crack front extension, and are functions of n and the intrinsic grain boundary properties.

Figure A-2 : Conditions d'arrêt des fissures dans le modèle d'Aust et coll. [1994]

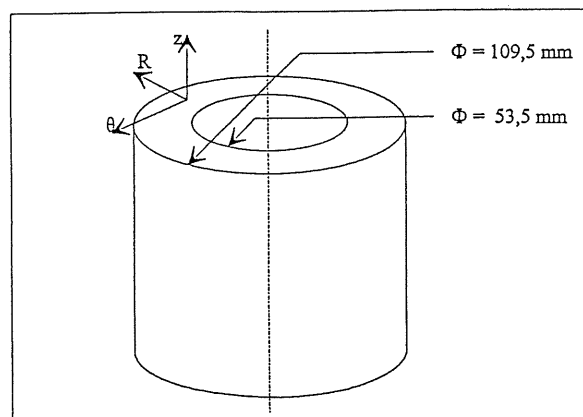


Figure A-3 : Géométrie des manchettes d'adaptateur

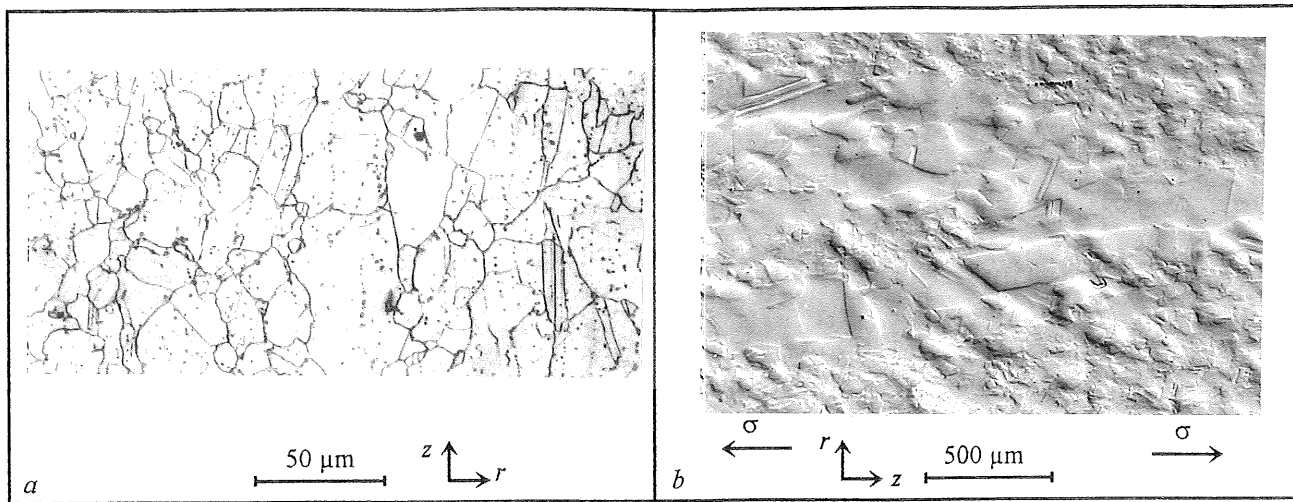


Figure A-4 : Microstructure de la manchette A
 a - zone homogène (attaque au réactif de Kalling)
 b - zone hétérogène (polissage à la silice colloïdale)

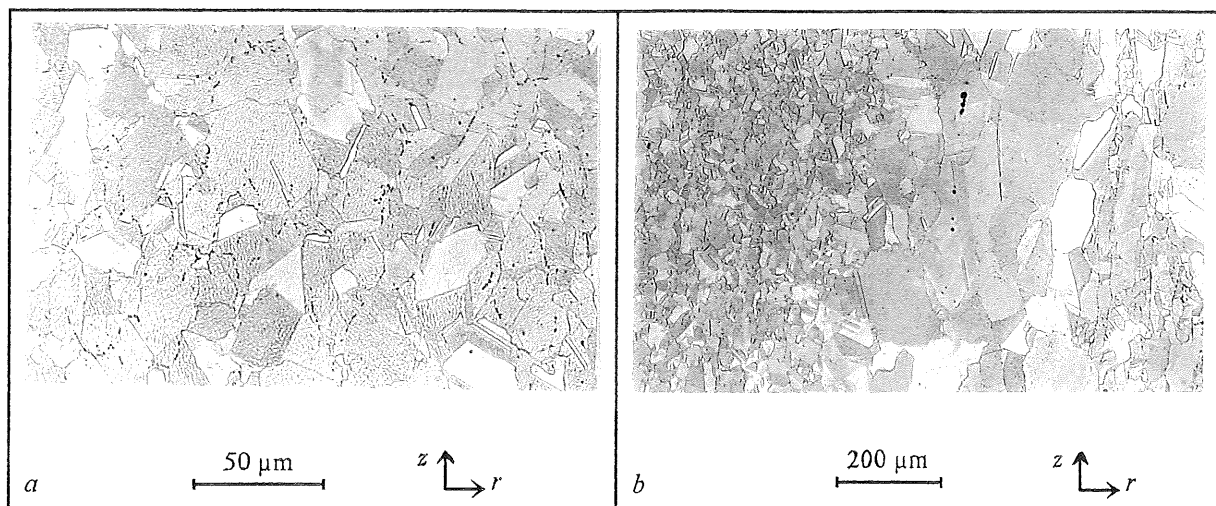


Figure A-5 : Microstructure de la manchette B
 a - zone homogène b - zone hétérogène (attaque au réactif de Kalling)



Figure A-6 : Microstructure du tube C (attaque au réactif de Kalling)

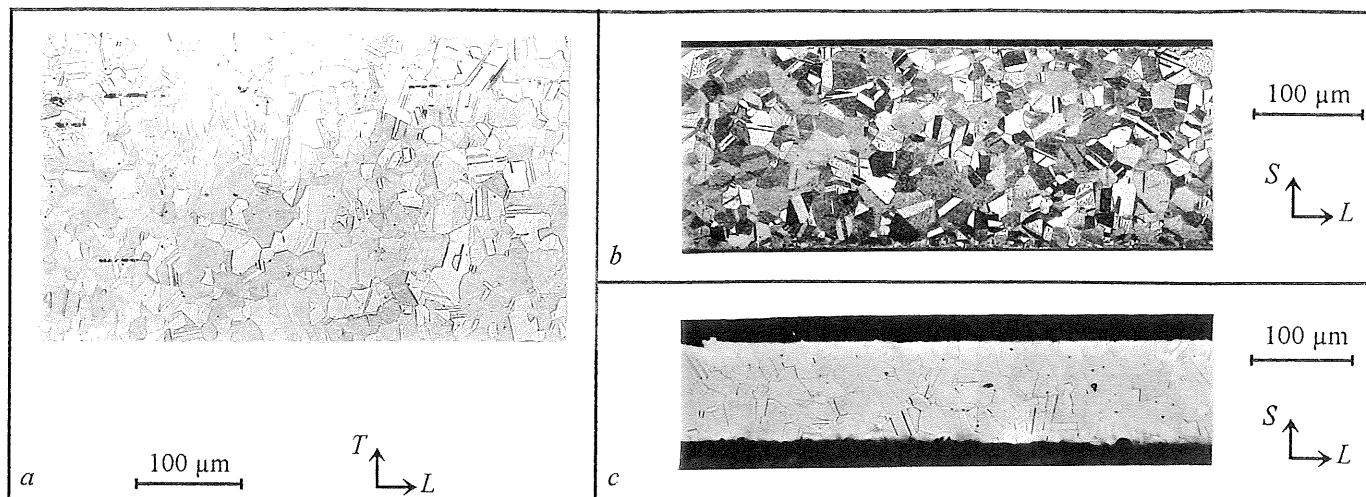


Figure A-7 : Microstructure des feuillets D (attaque au réactif de Kalling)

a - dans le plan L-T

b - dans le plan L-S (épaisseur 200 μm)

c - dans le plan L-S (épaisseur 100 μm)

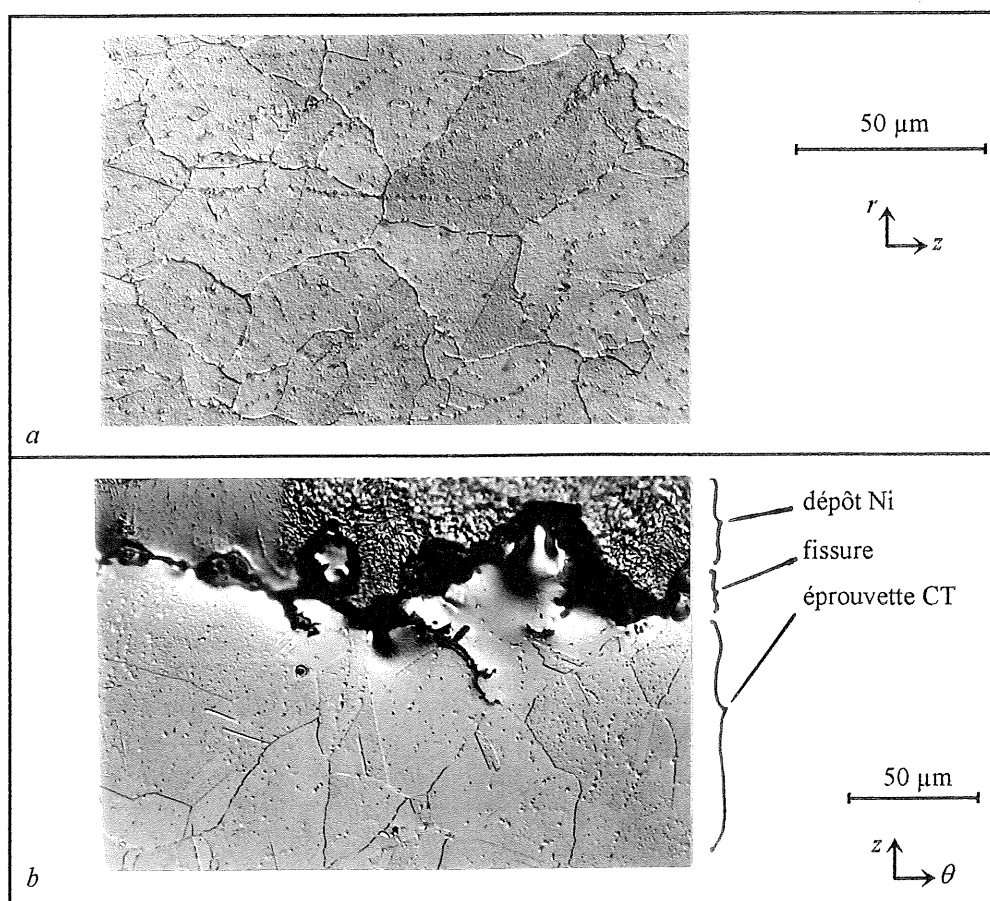


Figure A-8 : Stabilité de la microstructure lors des essais mécaniques à haute température sur CT
a - zone hors contrainte b - sous le faciès de rupture (coupe polie attaquée au réactif de Kalling)

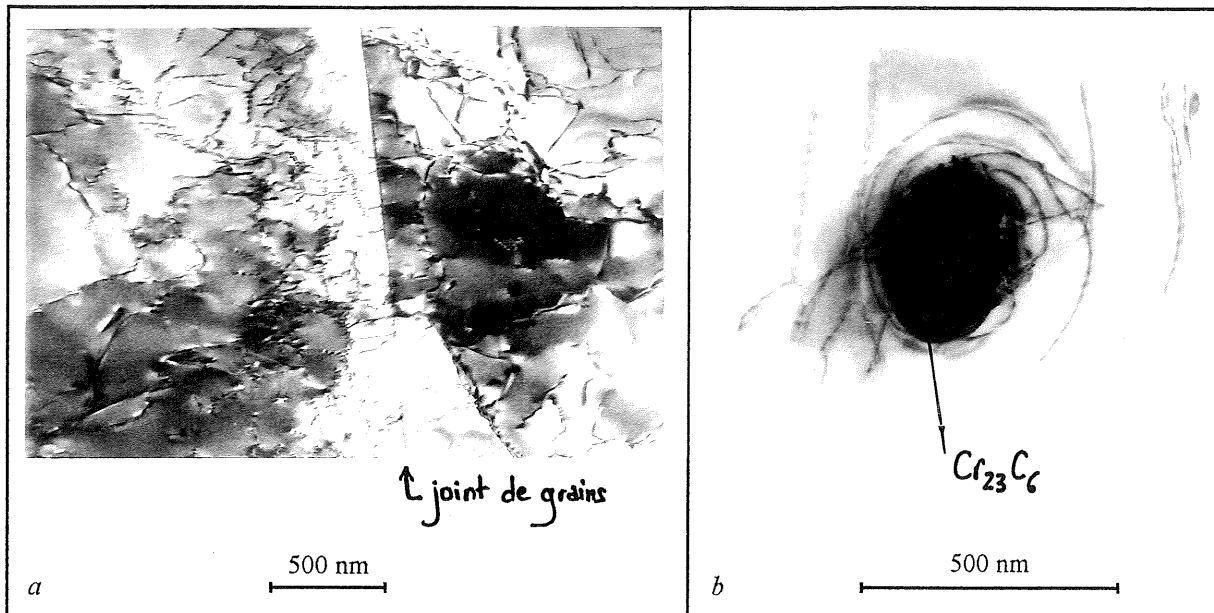


Figure A-9 : Ecouissage de l'Alliage 600 à l'état de réception
a - manchette A b - feuillard D

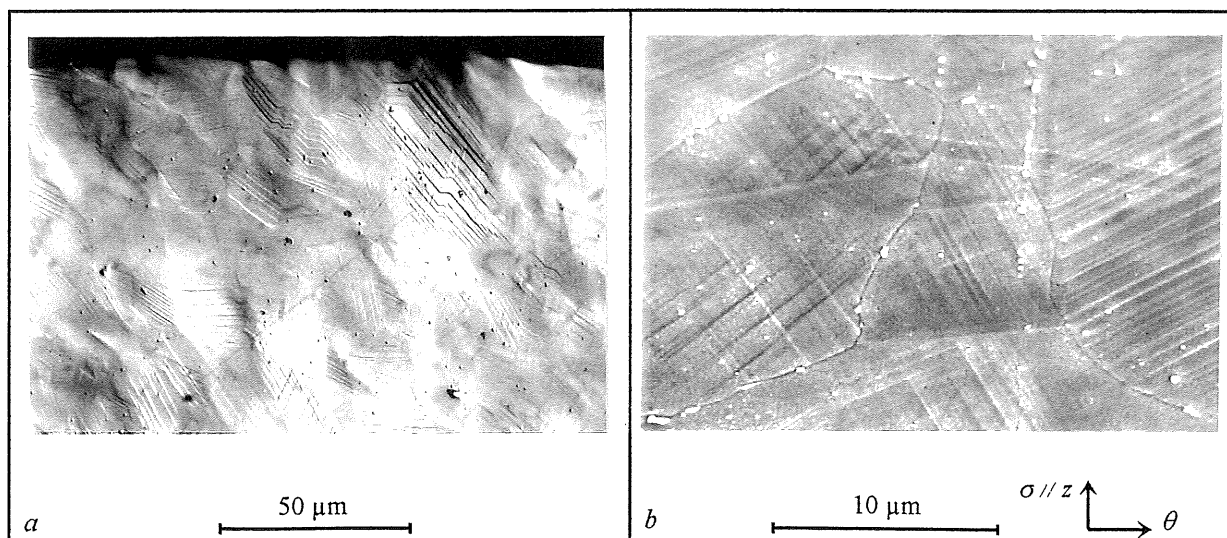


Figure A-10 : Localisation de la déformation : lignes de glissement
a - autour d'une empreinte de dureté (manchette A)
b - à la surface d'une éprouvette déformée en traction (tube C)

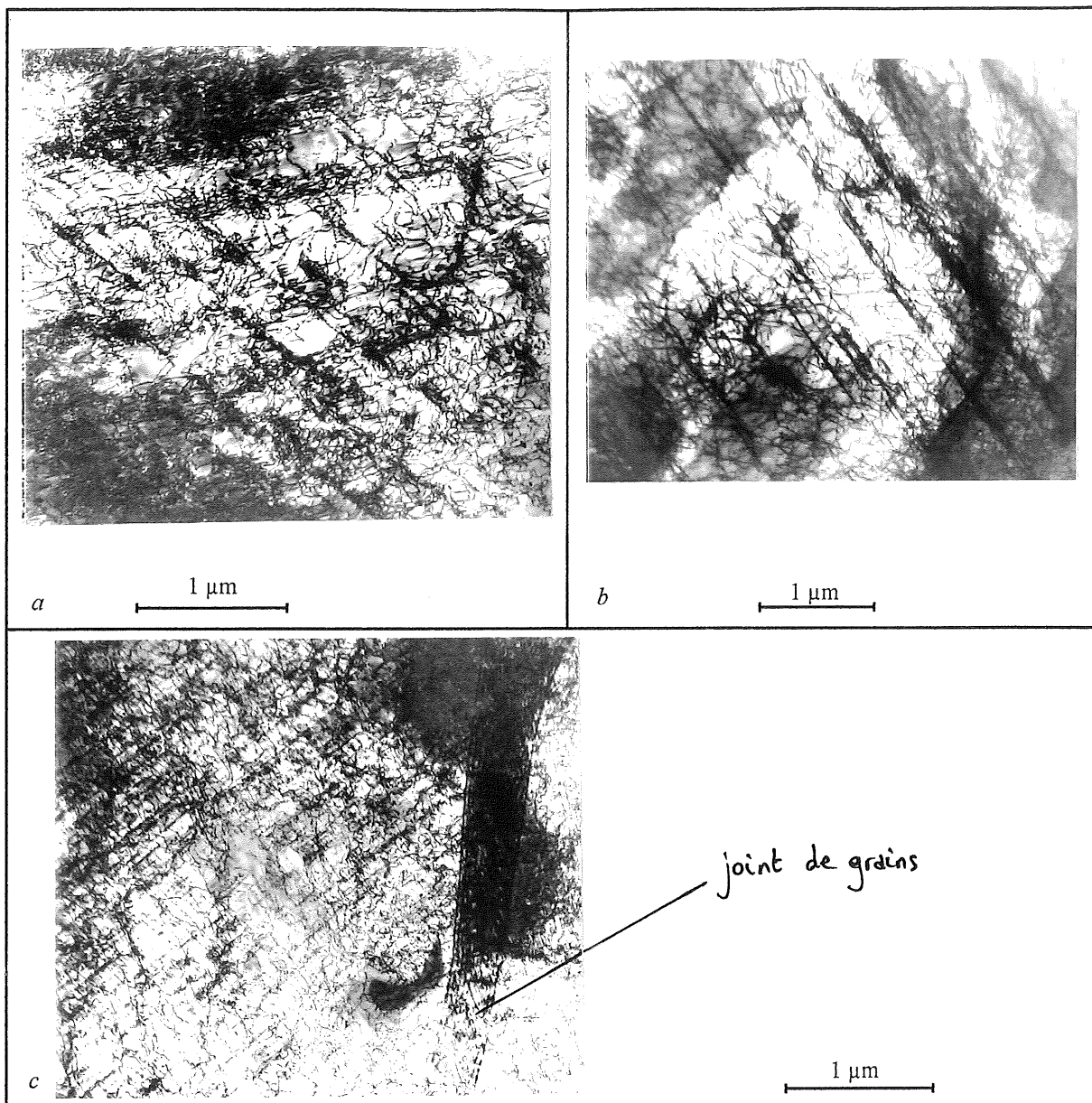


Figure A-11 : Localisation de la déformation : répartition des dislocations
a - au col d'une éprouvette « selle de cheval » fissurée dans le milieu primaire (coulée C)
b - après un cycle de fatigue à $\pm 1,25\%$ à 25°C (manchette A)
c - à la fin d'un essai de fatigue oligocyclique à 340°C (manchette A)

COMPORTEMENT MECANIQUE DE L'ALLIAGE 600

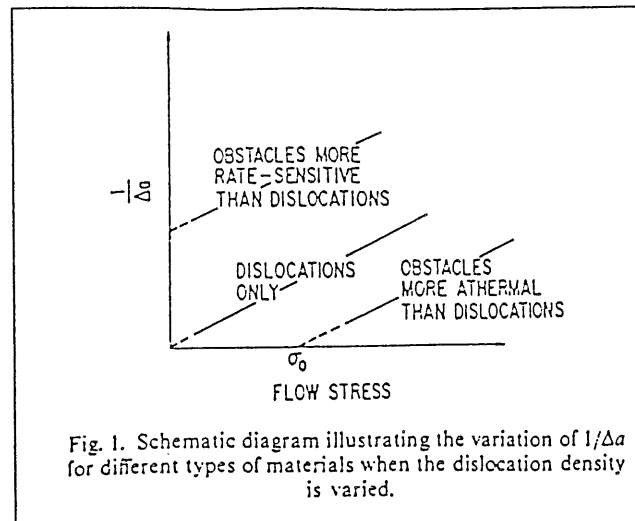


Figure B-1 : Caractère plus ou moins « athermique » des obstacles au glissement des dislocations mobiles [Mulford 1979]

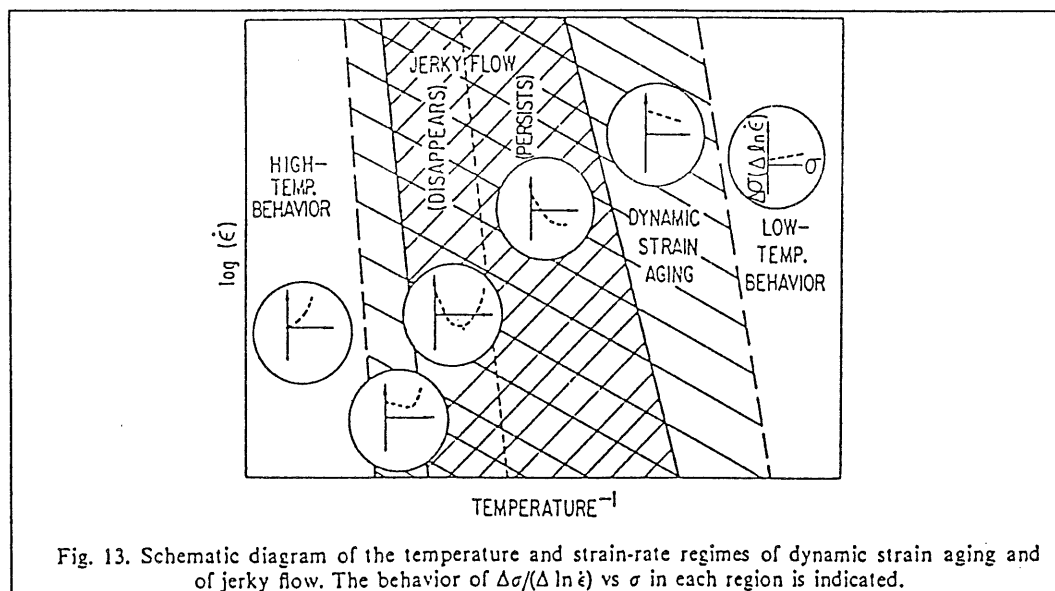


Figure B-2 : Effet Portevin-Le Chatelier et sensibilité à la vitesse de déformation imposée [Mulford et Kocks 1979]

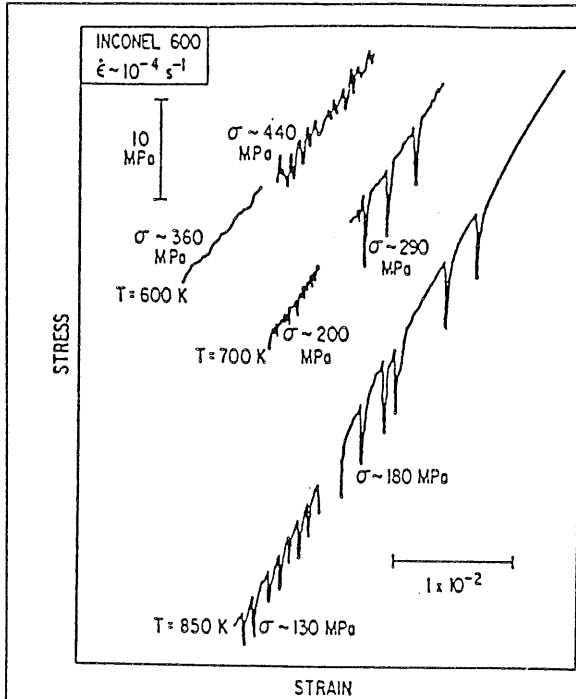


Fig. 3. Example of the different types of jerky flow observed in Inconel 600 tested in compression, including its disappearance at large strain at 850 K . The temperature and nominal stress level of each curve is indicated.

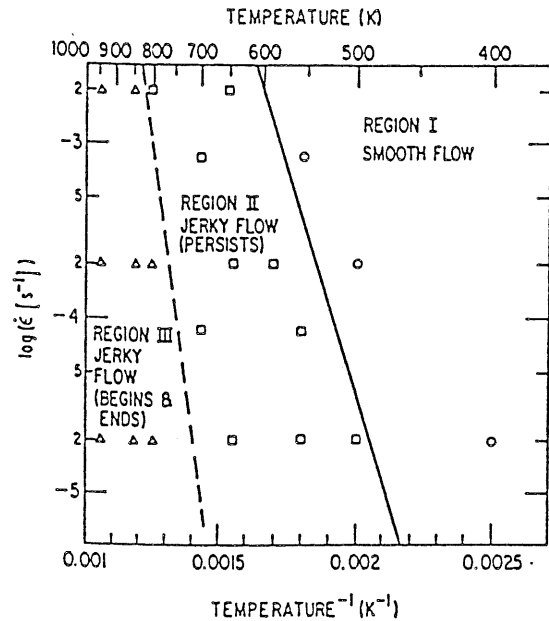


Fig. 2. The strain-rate and temperature regime of jerky flow in Inconel 600.

Figure B-3 : Exemples d'écoulement saccadé observés avec l'Alliage 600 [Mulford et Kocks 1979]

Figure B-4 : Domaine d'apparition de l'effet Portevin-Le Chatelier dans l'Alliage 600 [Mulford et Kocks 1979]

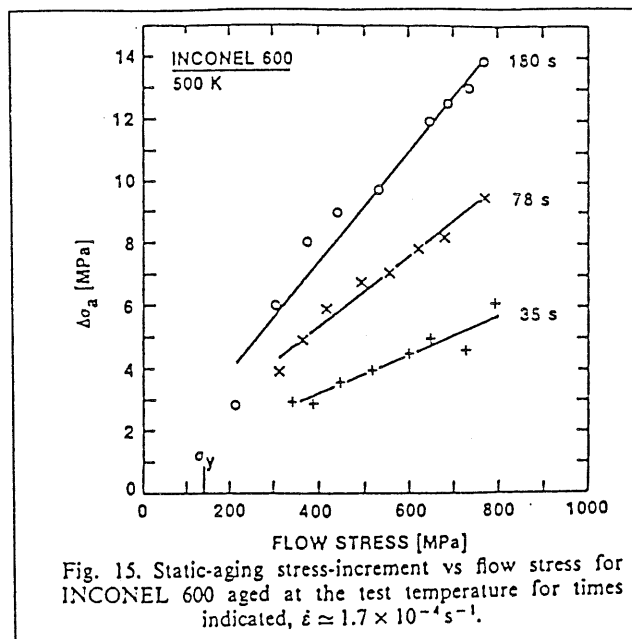


Figure B-5 : Vieillissement statique dans l'Alliage 600 [Kocks 1985]

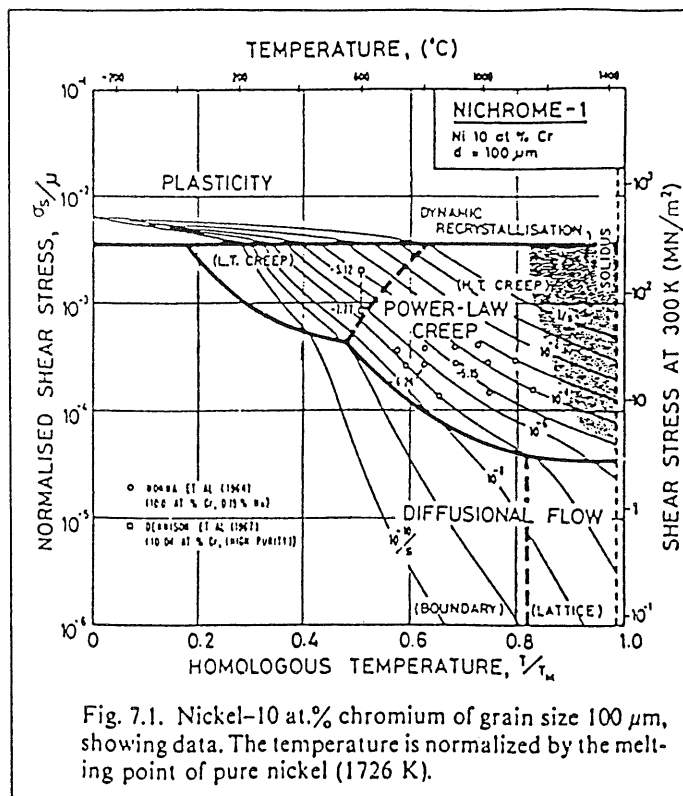


Figure B-6 : Carte des mécanismes de déformation pour le Nichrome Ni-10Cr [Frost 1982]

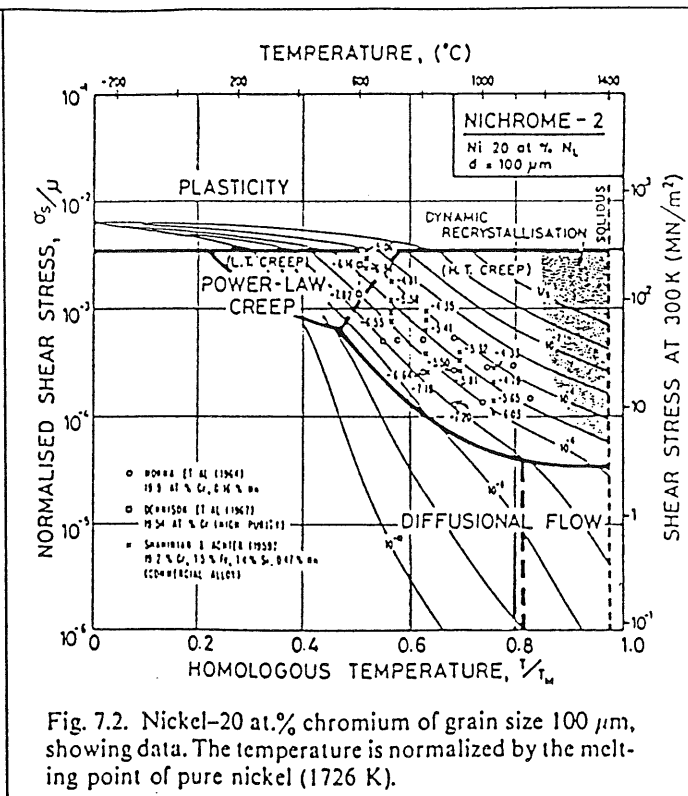


Figure B-7 : Carte des mécanismes de déformation pour le Nichrome Ni-20Cr [Frost 1982]

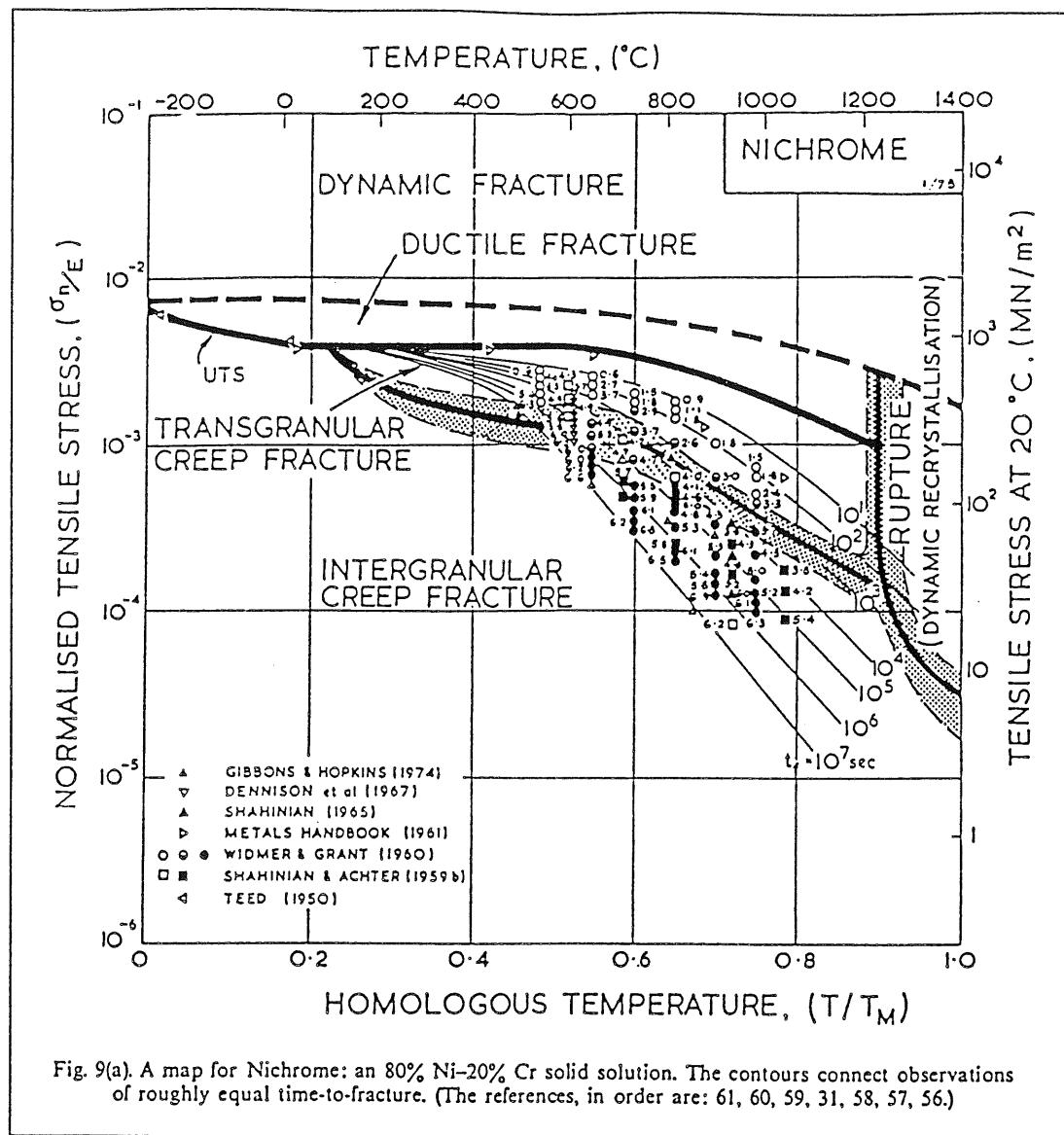


Figure B-8 : Carte des mécanismes de rupture pour le Nichrome Ni-20Cr [Ashby 1979]

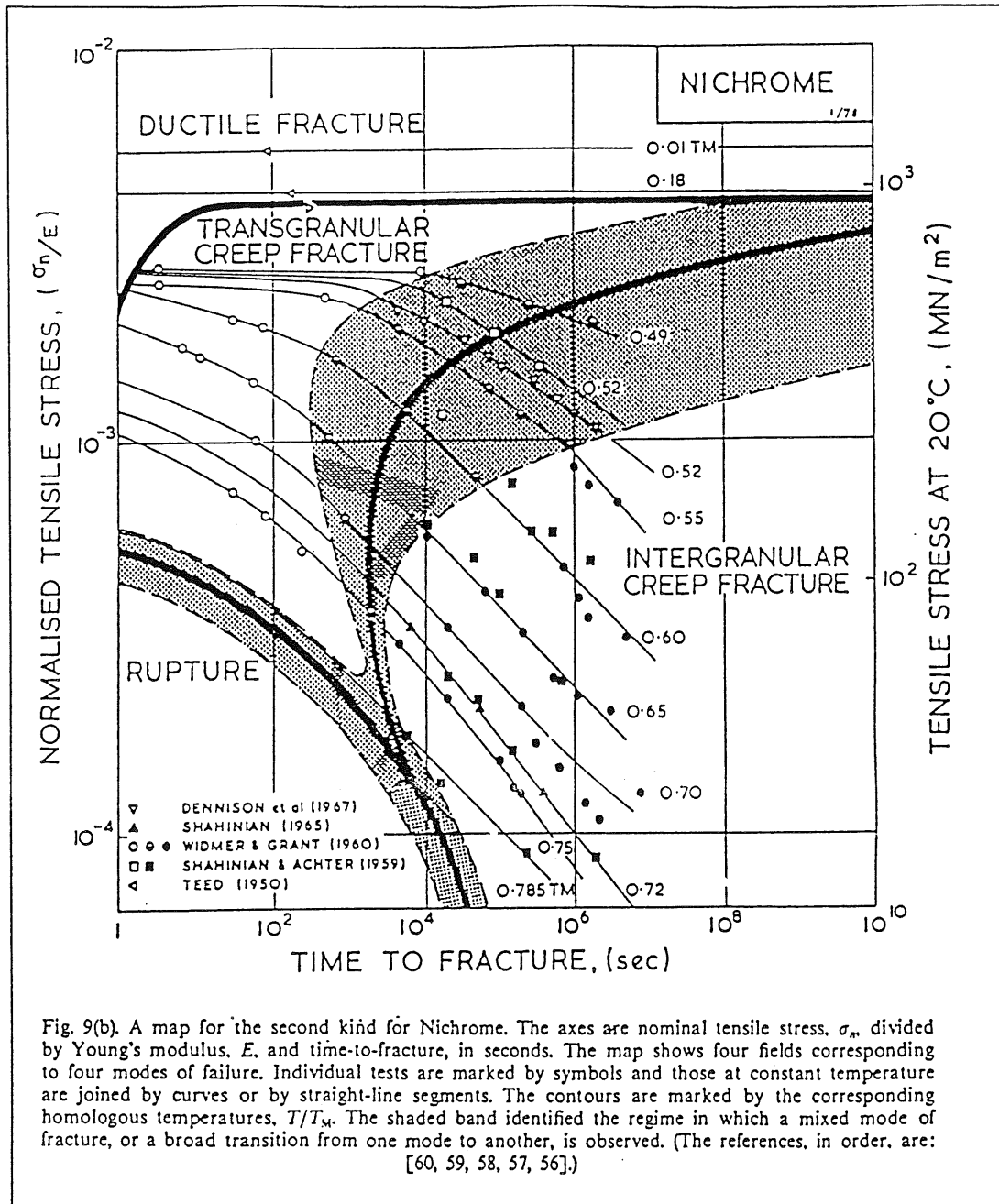


Figure B-9 : Carte des mécanismes de rupture pour le Nichrome Ni-20Cr [Ashby 1979]

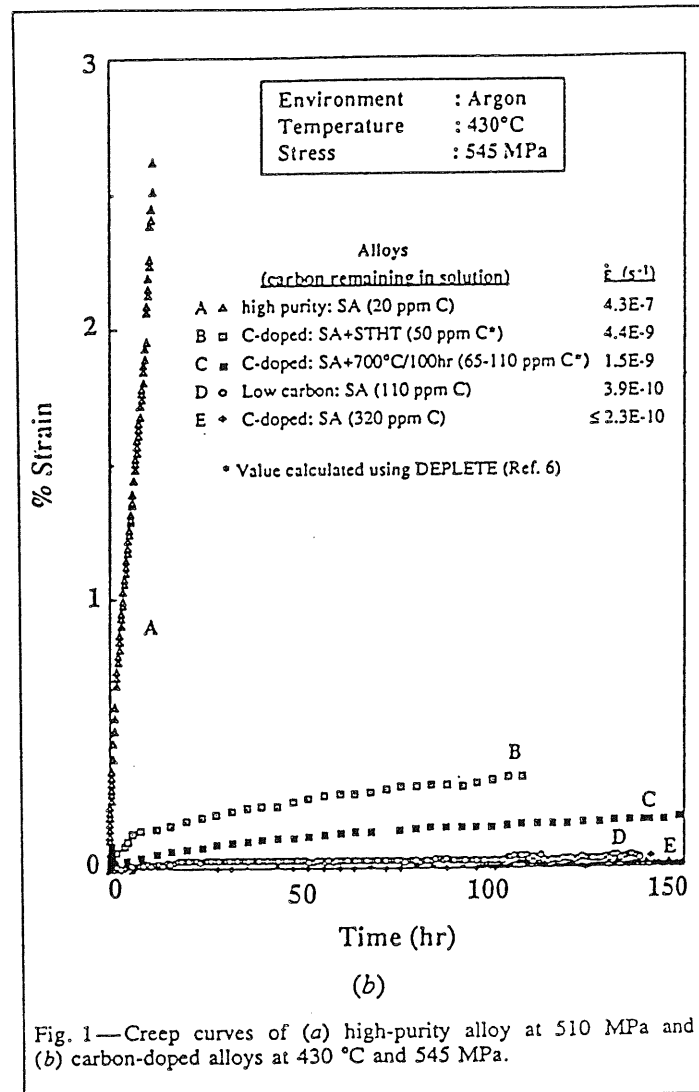


Fig. 1—Creep curves of (a) high-purity alloy at 510 MPa and (b) carbon-doped alloys at 430 °C and 545 MPa.

Figure B-10 : Effet de la teneur en carbone sur les propriétés en fluage des alliages Ni-Cr-Fe-C ultra-purs [Sung 1992]

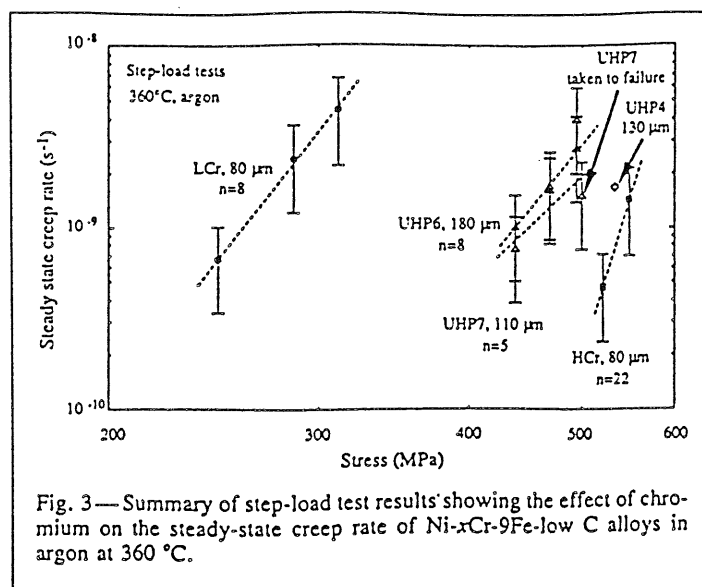


Figure B-11 : Effet de la teneur en chrome sur les propriétés en fluage des alliages Ni-Cr-Fe-C ultra-purs [Sung 1992]

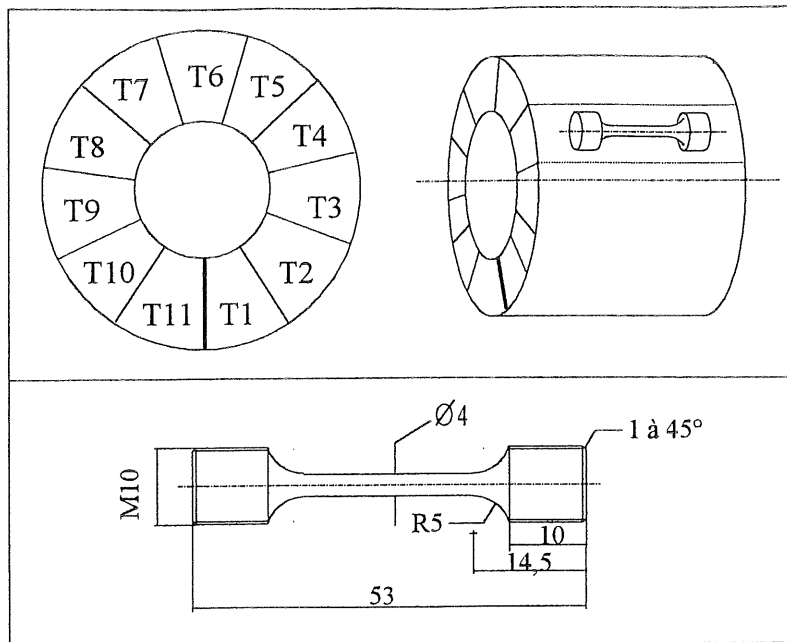


Figure B-12 : Prélèvement des éprouvettes de traction

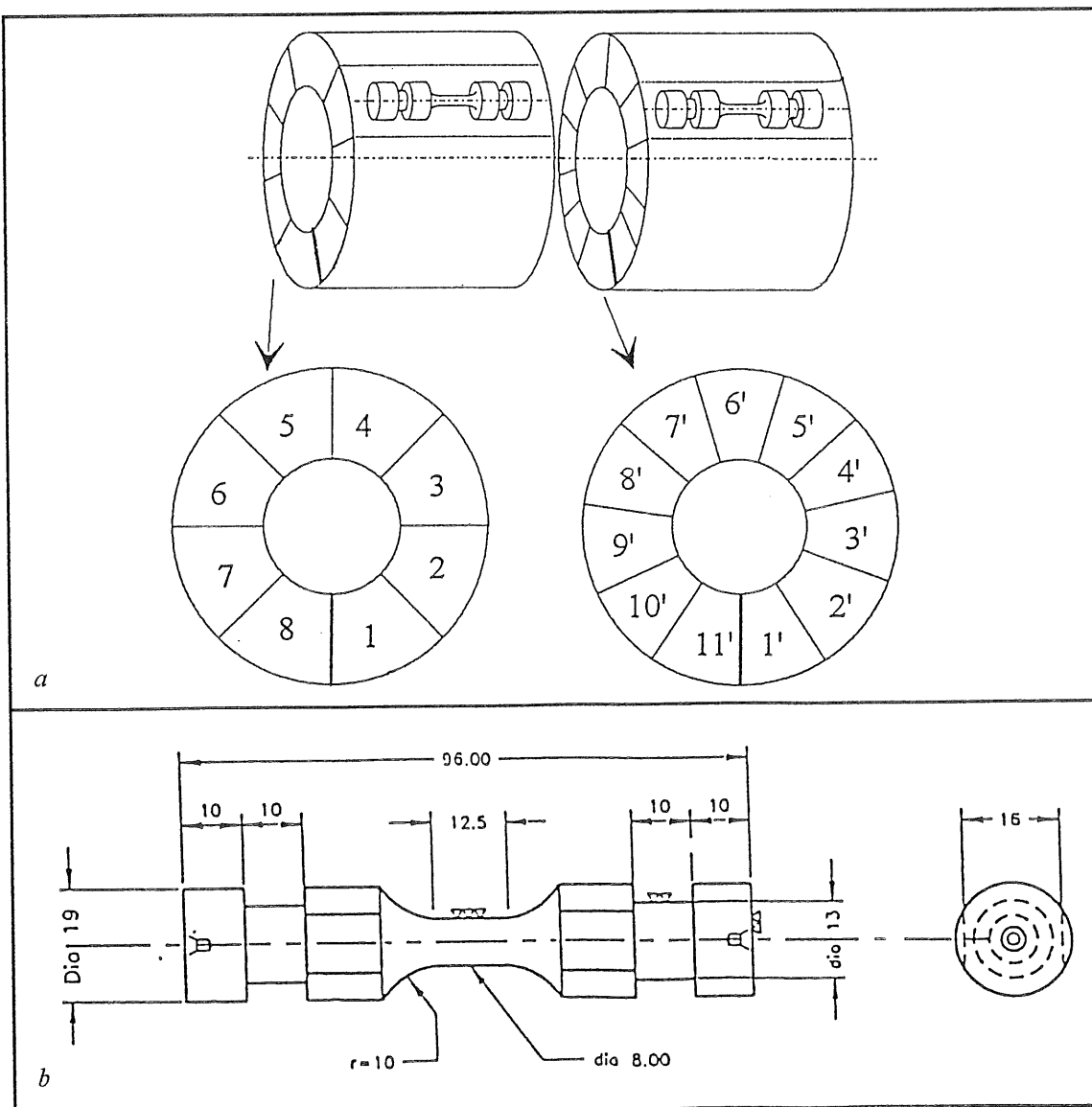


Figure B-13 : Prélèvement des éprouvettes utilisées pour les essais cycliques

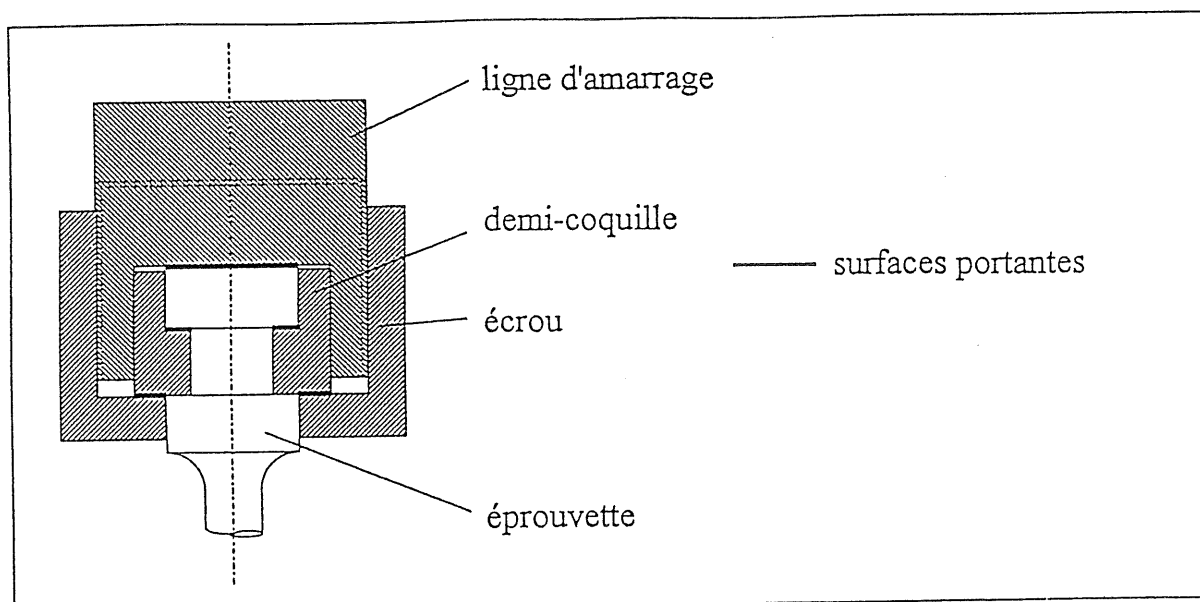


Figure B-14 : Géométrie du système d'amarrage utilisé pour les essais cycliques

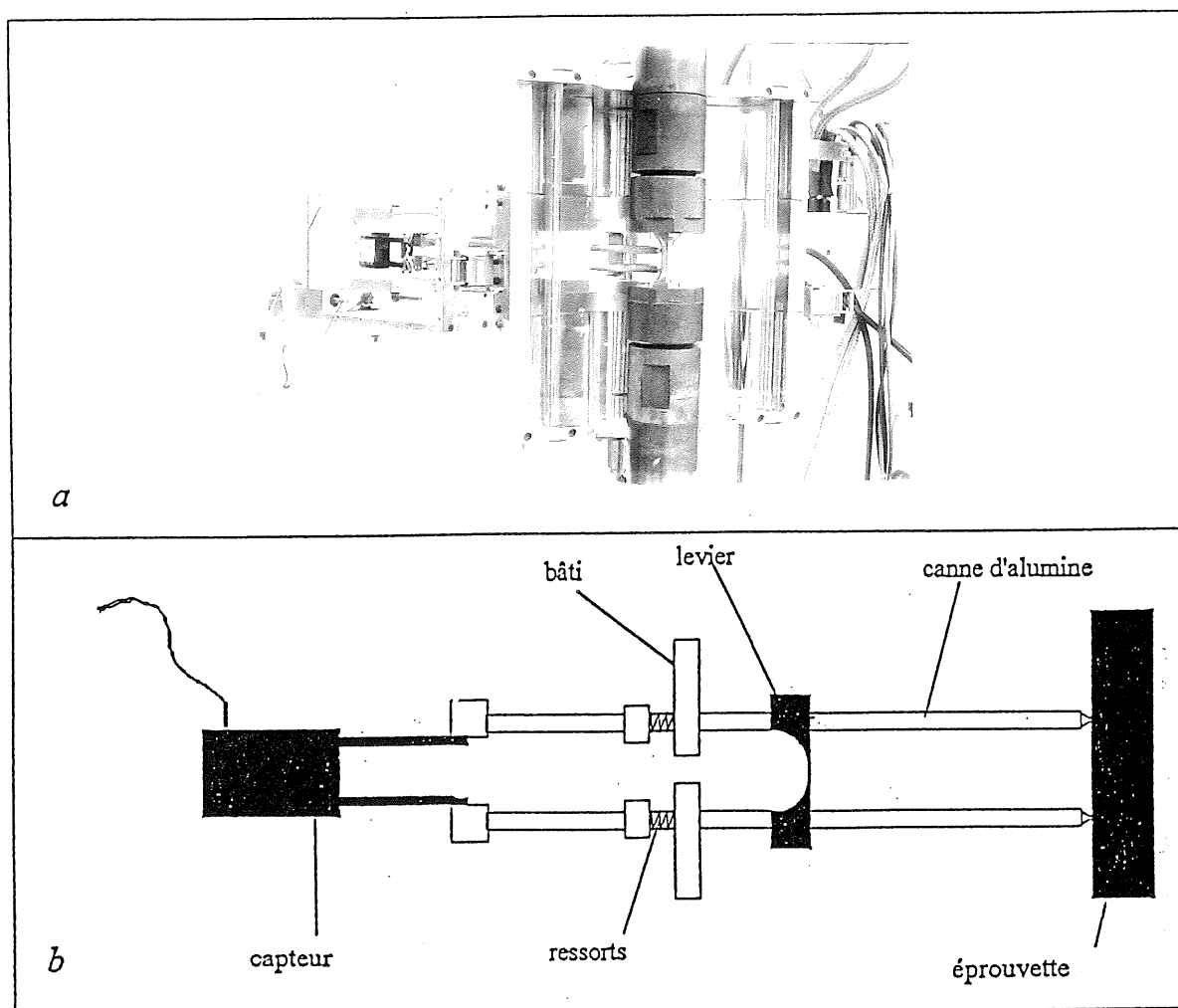


Figure B-15 : Extensométrie utilisée pour les essais cycliques
a - vue d'ensemble, four ouvert b - schéma de principe

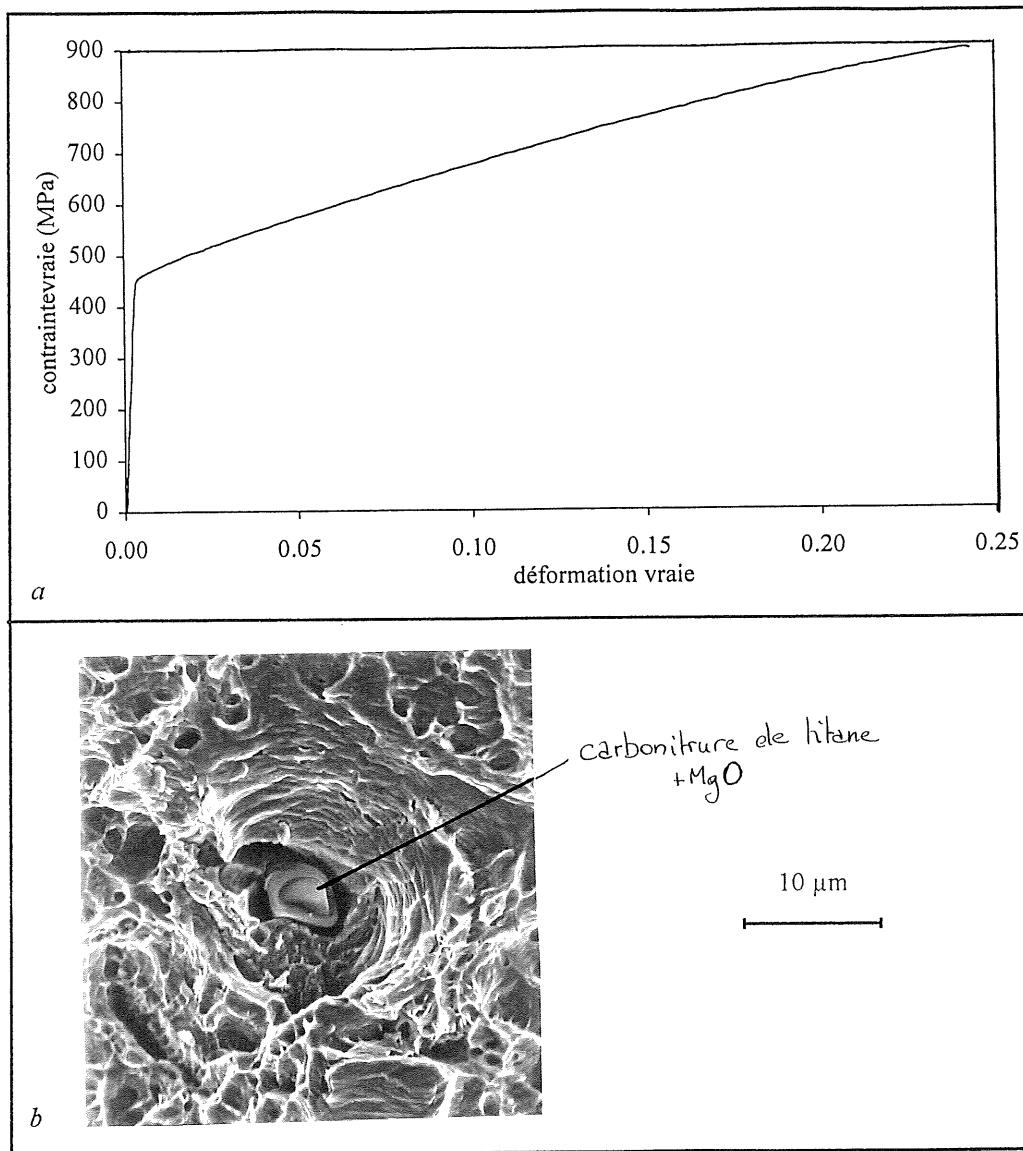


Figure B-16 : Propriétés de l'Alliage 600 en traction à 25°C
a - courbe rationnelle *b* - fractographie

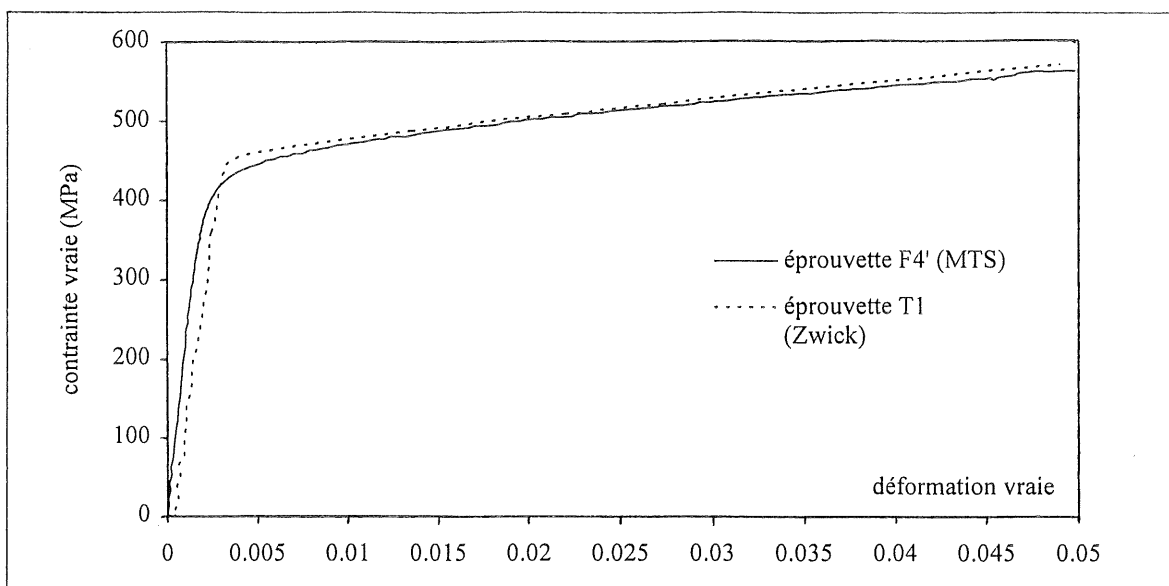


Figure B-17 : Comparaison entre les résultats obtenus en traction à 25°C sur la ZWICK (électromécanique) et sur la MTS (servohydraulique)

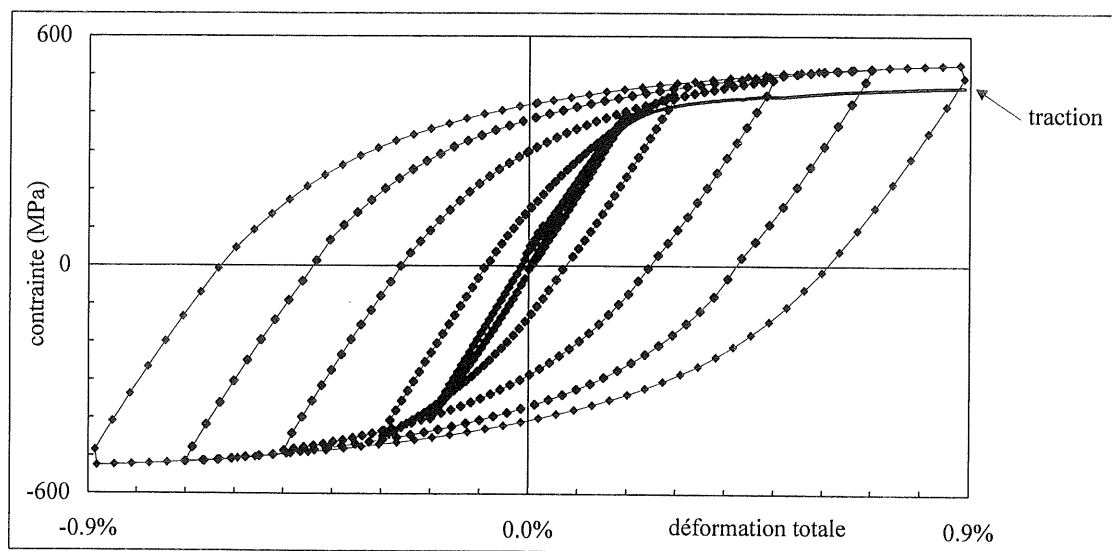


Figure B-18 : Cycles stabilisés et écouissage cyclique à 25°C

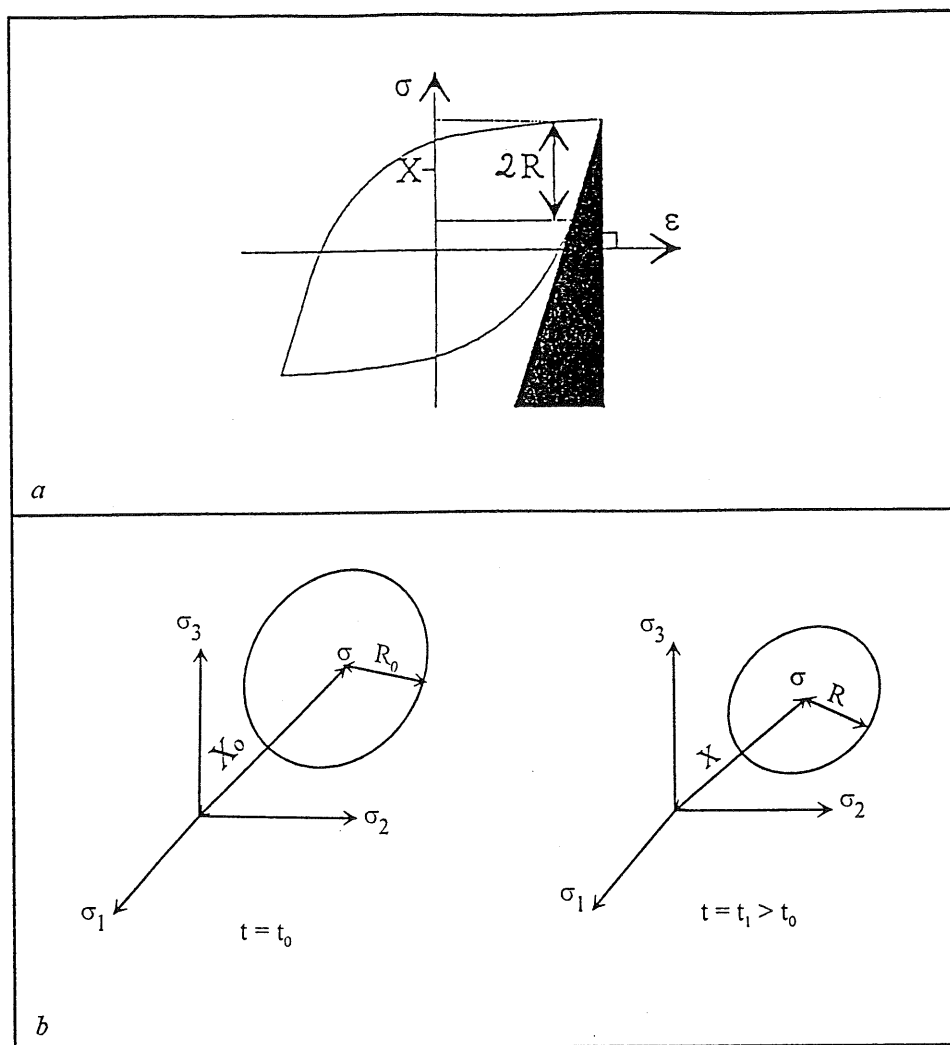


Figure B-19 : Ecrouissages isotrope R et cinématique X :
 a - représentation uniaxiale b - représentation triaxiale

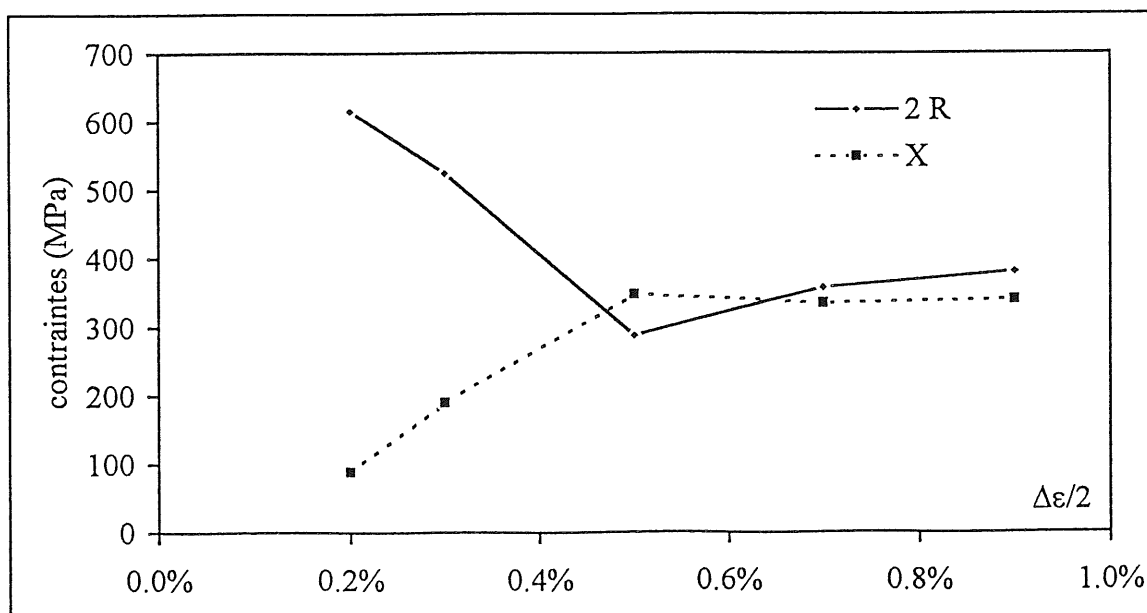


Figure B-20 : Composantes R et X de l'écrouissage cyclique à 25°C

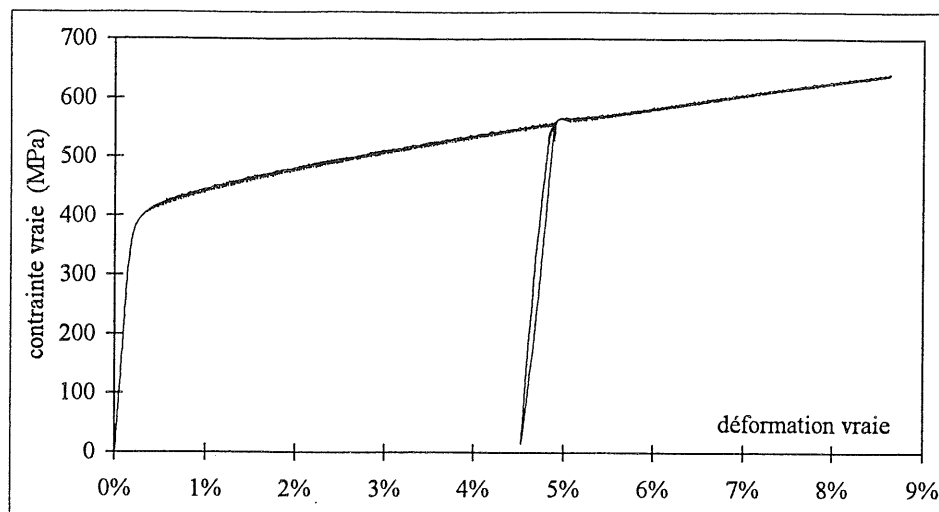


Figure B-21 : Essai de traction interrompu par un cycle de fatigue à 25°C

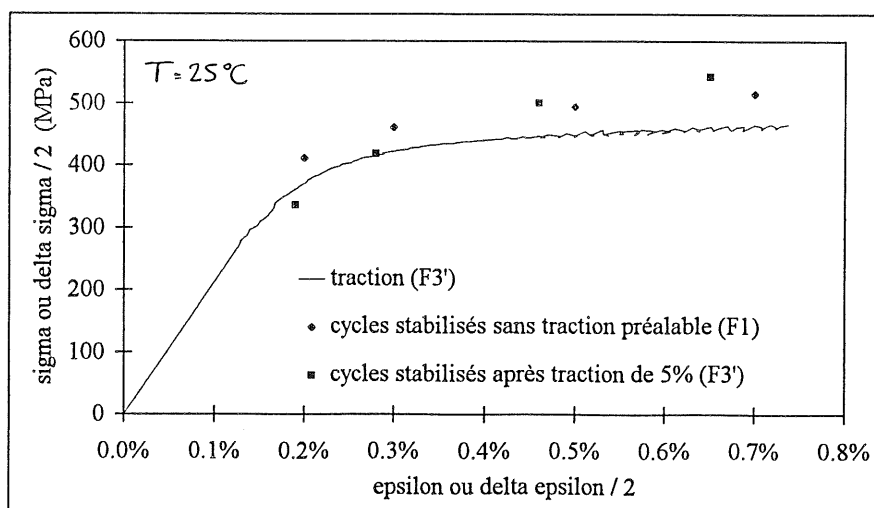


Figure B-22 : Effet d'une prédéformation en traction sur l'amplitude des cycles stabilisés

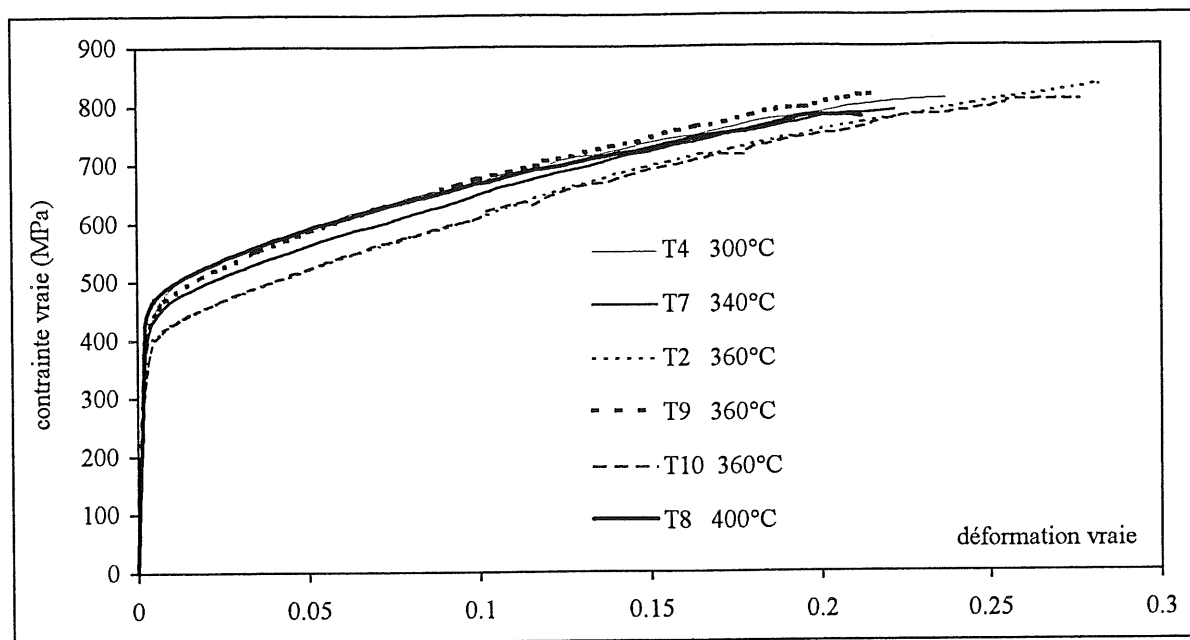


Figure B-23 : Propriétés de l'Alliage 600 en traction entre 300 et 400°C

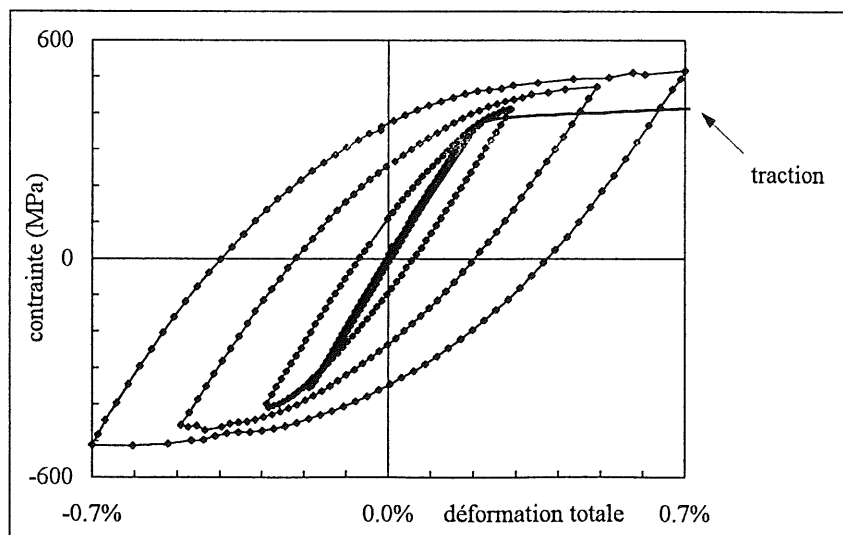


Figure B-24 : Cycles stabilisés et écouissage cyclique à 360°C et $10^{-3} s^{-1}$

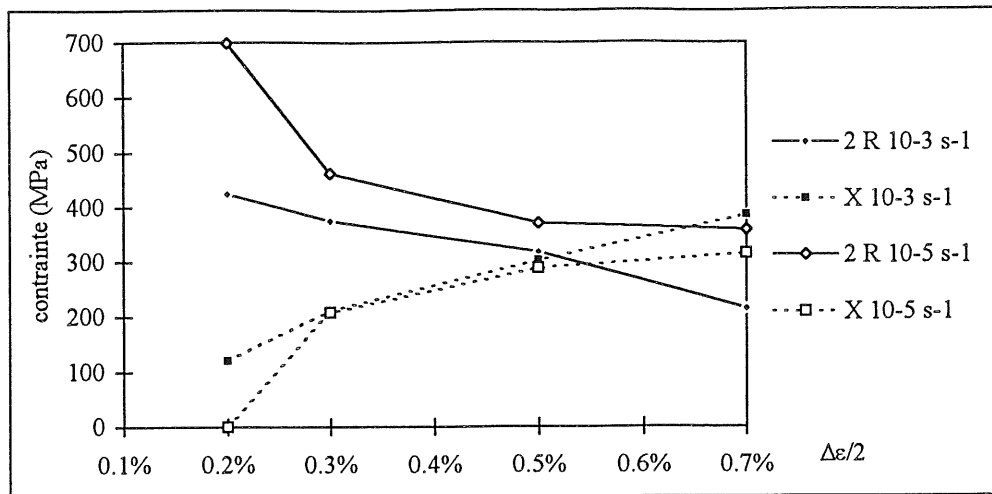


Figure B-25 : Composantes 2R et X de l'écrouissage cyclique à 360°C en fonction de la vitesse de déformation imposée

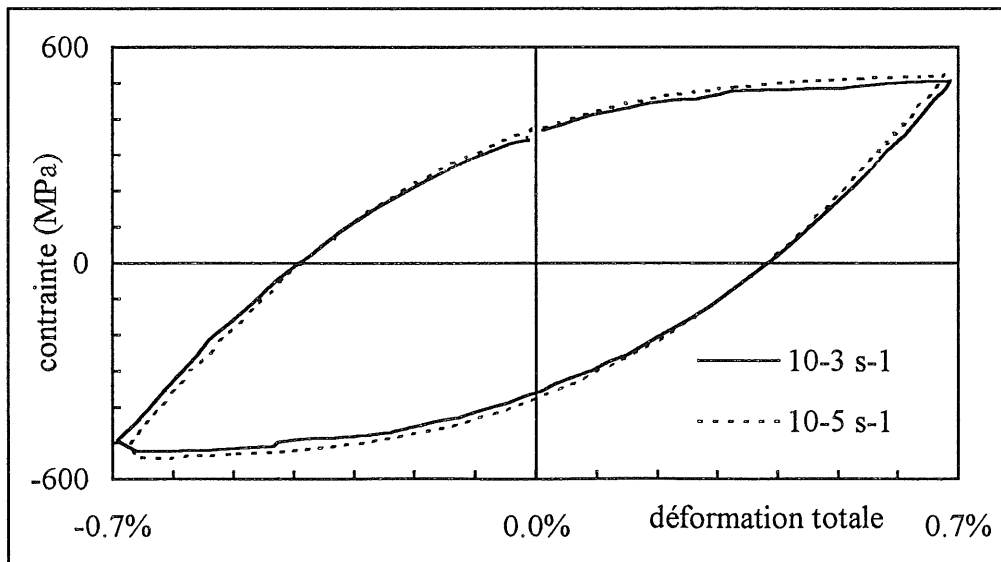


Figure B-26 : Effet de la vitesse de déformation imposée sur les cycles stabilisés à $\pm 0.7\%$ à 360°C

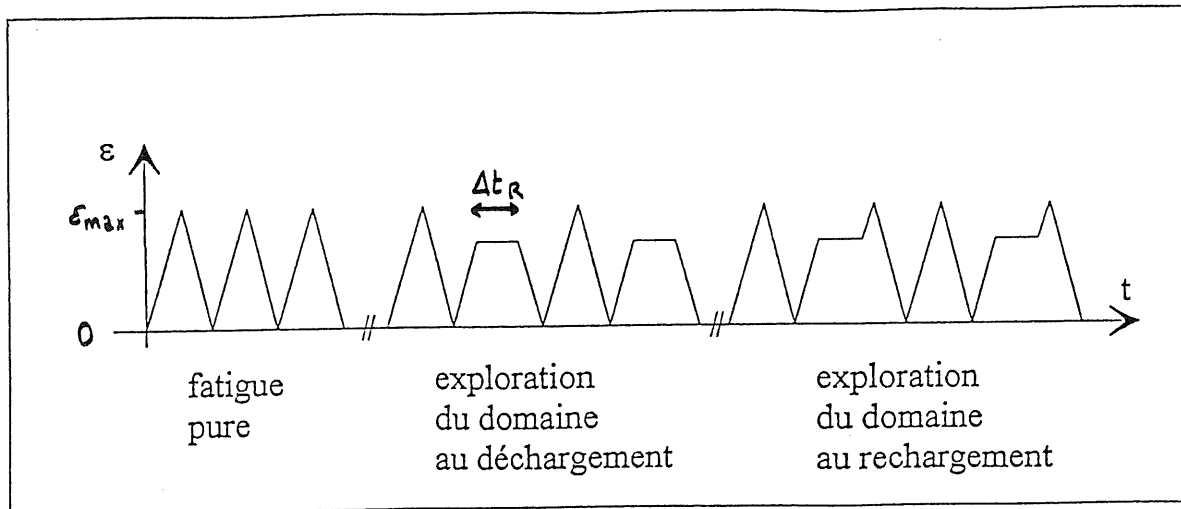


Figure B-27 : Cycles imposés en fatigue-relaxation

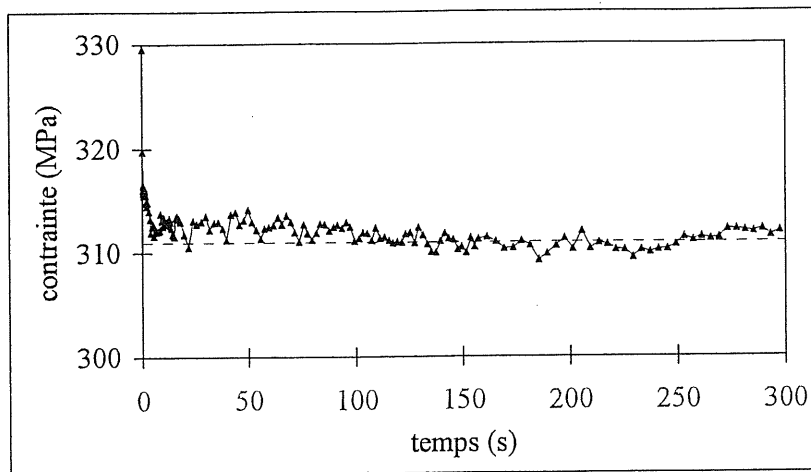


Figure B-28 : Relaxation après les cycles stabilisés entre zéro et 0,5% à 360°C (éprouvette F4)

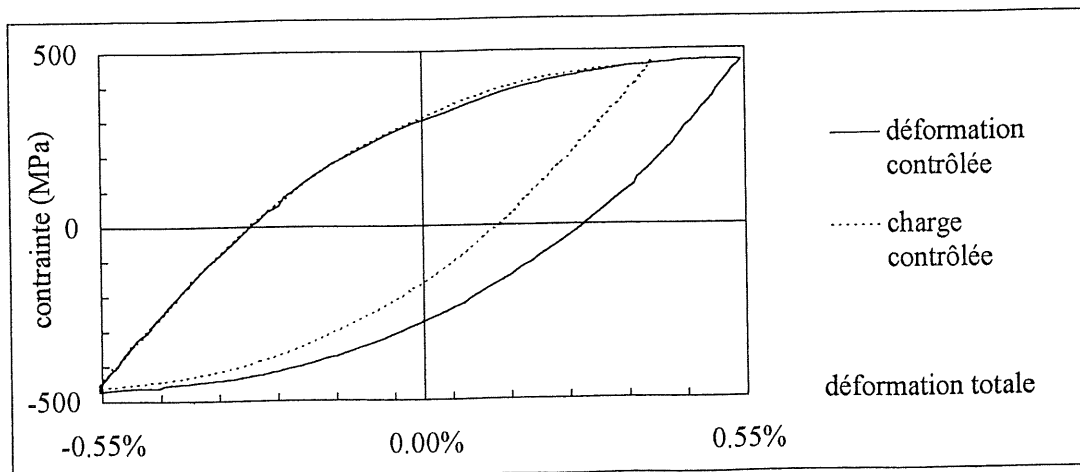


Figure B-29 : Superposition des cycles obtenus en contrôle de charge et en contrôle de déformation à 360°C

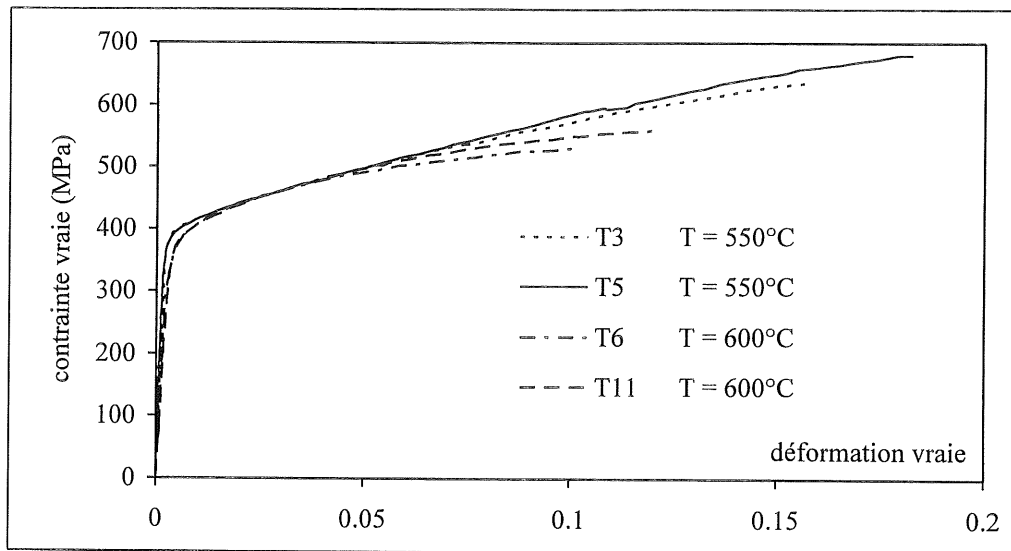


Figure B-30 : Propriétés de l'Alliage 600 en traction à 550 et 600°C

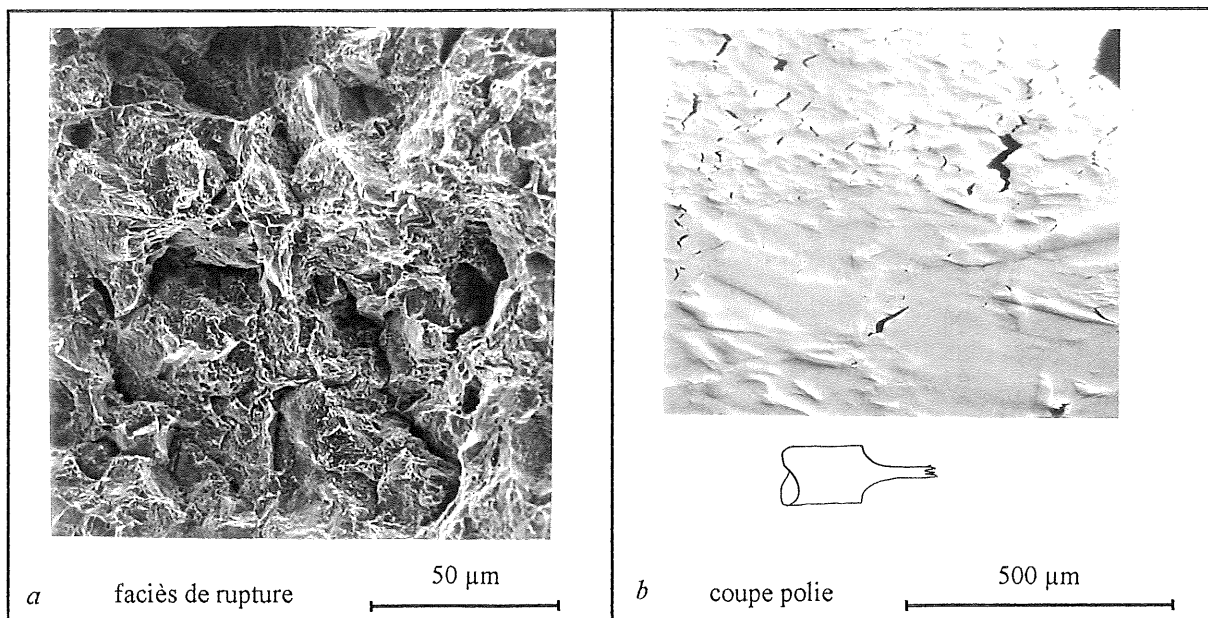


Figure B-31 : Expertise d'une éprouvette rompue en traction à 600°C

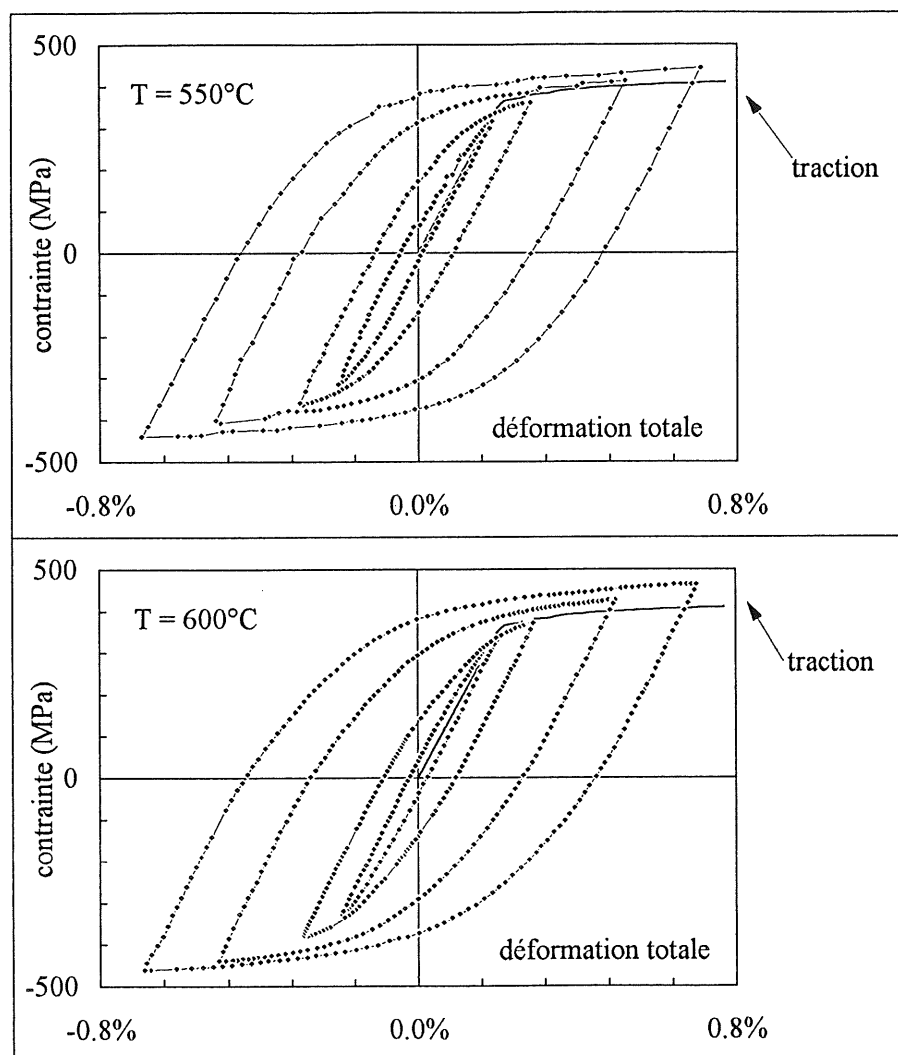


Figure B-32 : Cycles stabilisés et écrouissage cyclique à 550°C et 600°C à 10^{-3} s^{-1}

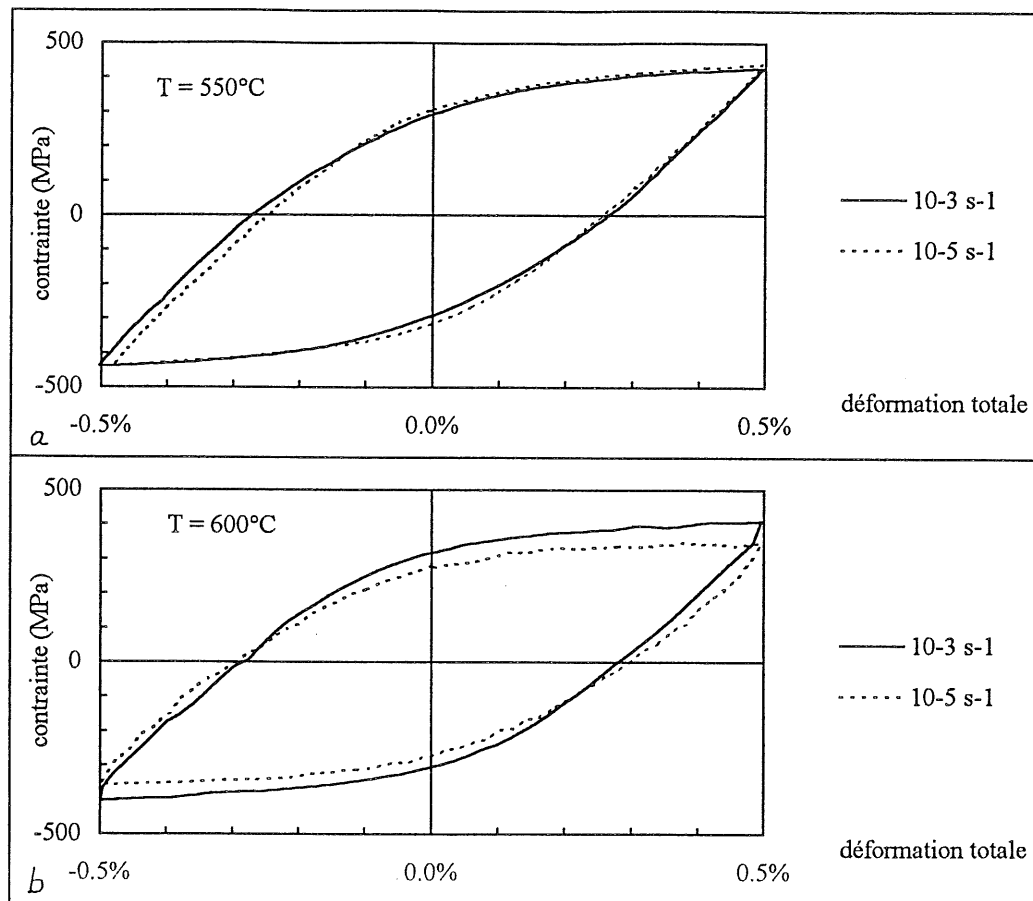


Figure B-33 : Effet de la vitesse de déformation sur les cycles stabilisés à $\pm 0,5\%$
 a - $T = 550^{\circ}\text{C}$ b - $T = 600^{\circ}\text{C}$

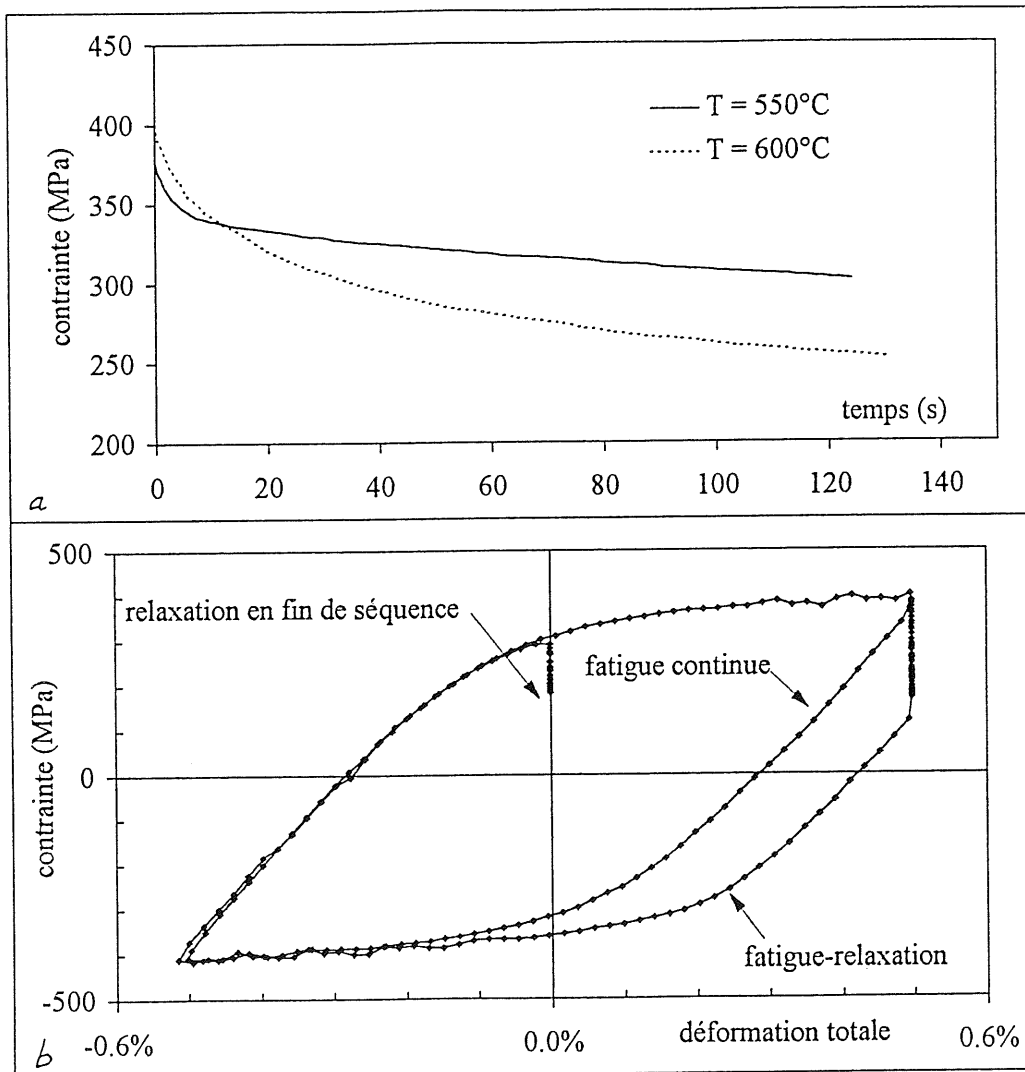


Figure B-34 : Relaxation de l'Alliage 600 à 550 et 600°C
 a - relaxation après les cycles stabilisés à $\pm 0,5\%$
 b - fatigue-relaxation à 600°C : $\Delta t_R = 1200\text{ s}$

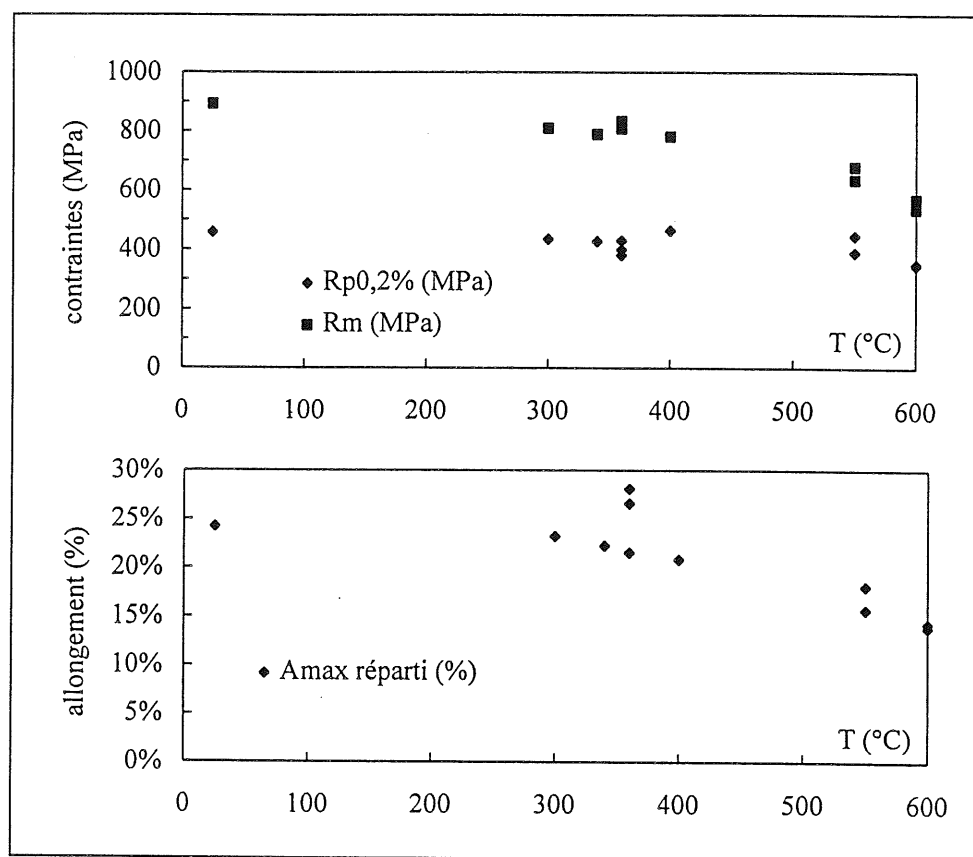


Figure B-35 : Effet de la température sur les propriétés de l'Alliage 600 en traction

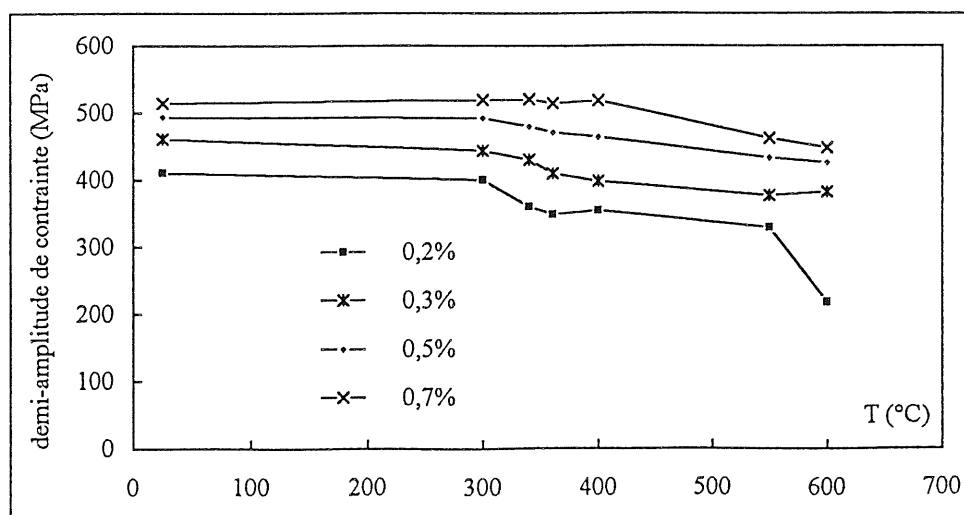


Figure B-36 : Effet de la température sur l'amplitude des cycles stabilisés en fatigue à 10^{-3} s^{-1}

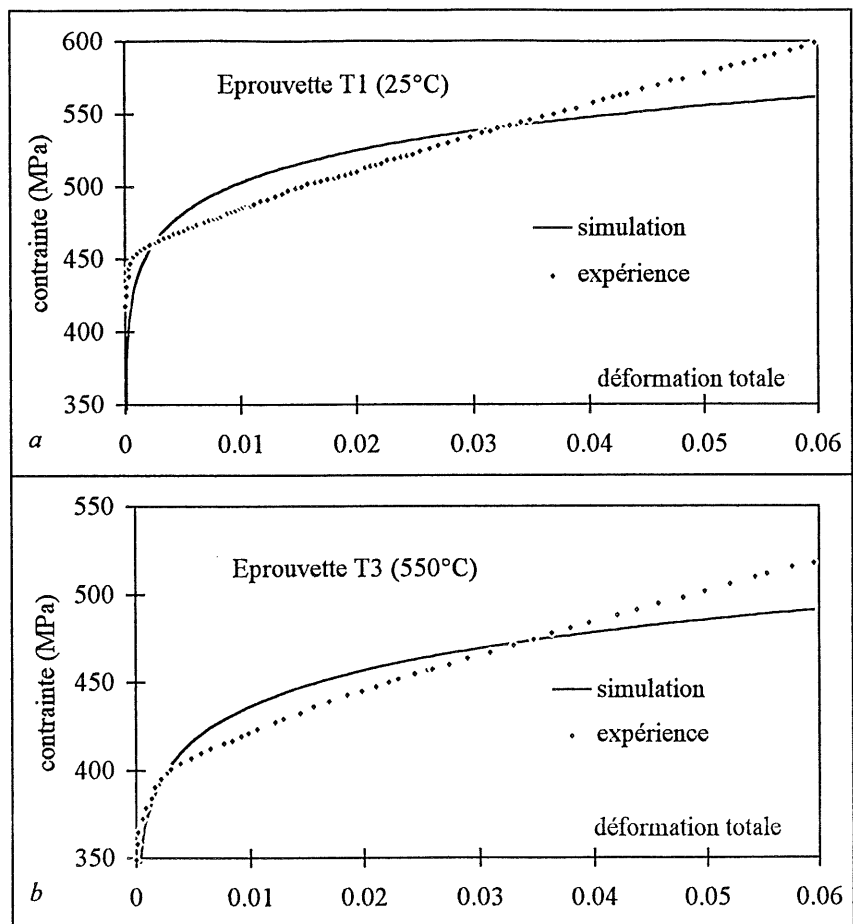


Figure B-37 : Identification d'une loi puissance sur un essai de traction
a - $T = 25^{\circ}\text{C}$ b - $T = 550^{\circ}\text{C}$

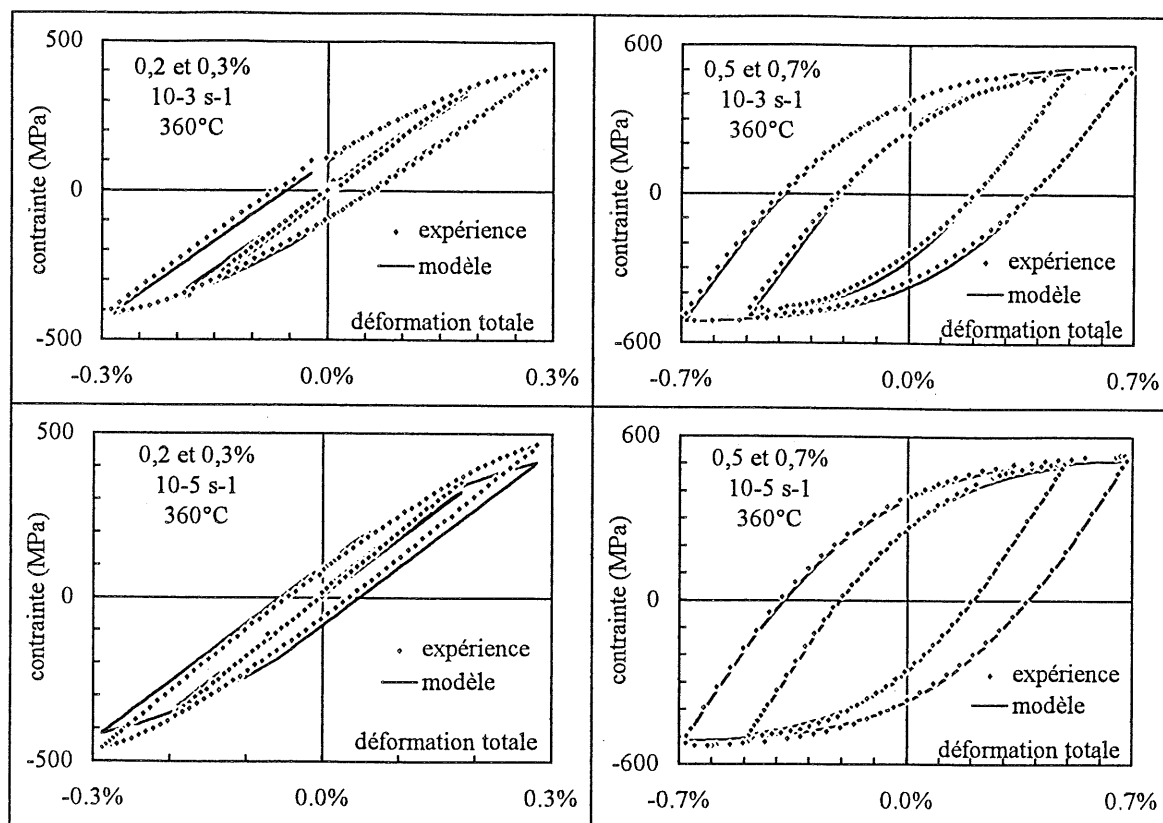


Figure B-38 : Résultats du modèle «une phase» : cycles stabilisés à 360°C

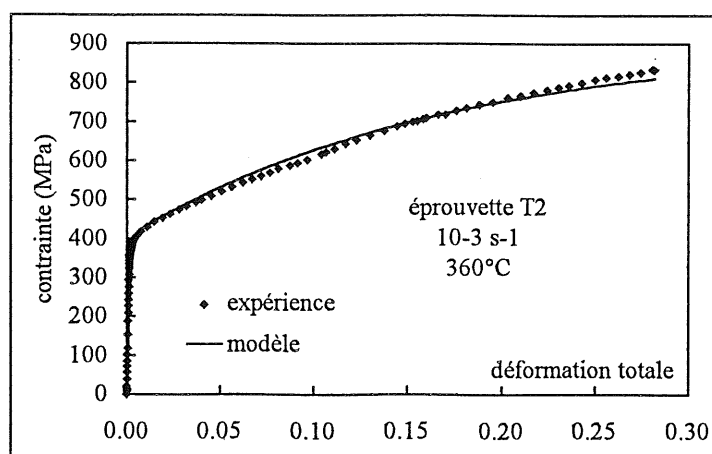


Figure B-39 : Résultats du modèle «une phase» : essai de traction à 360°C

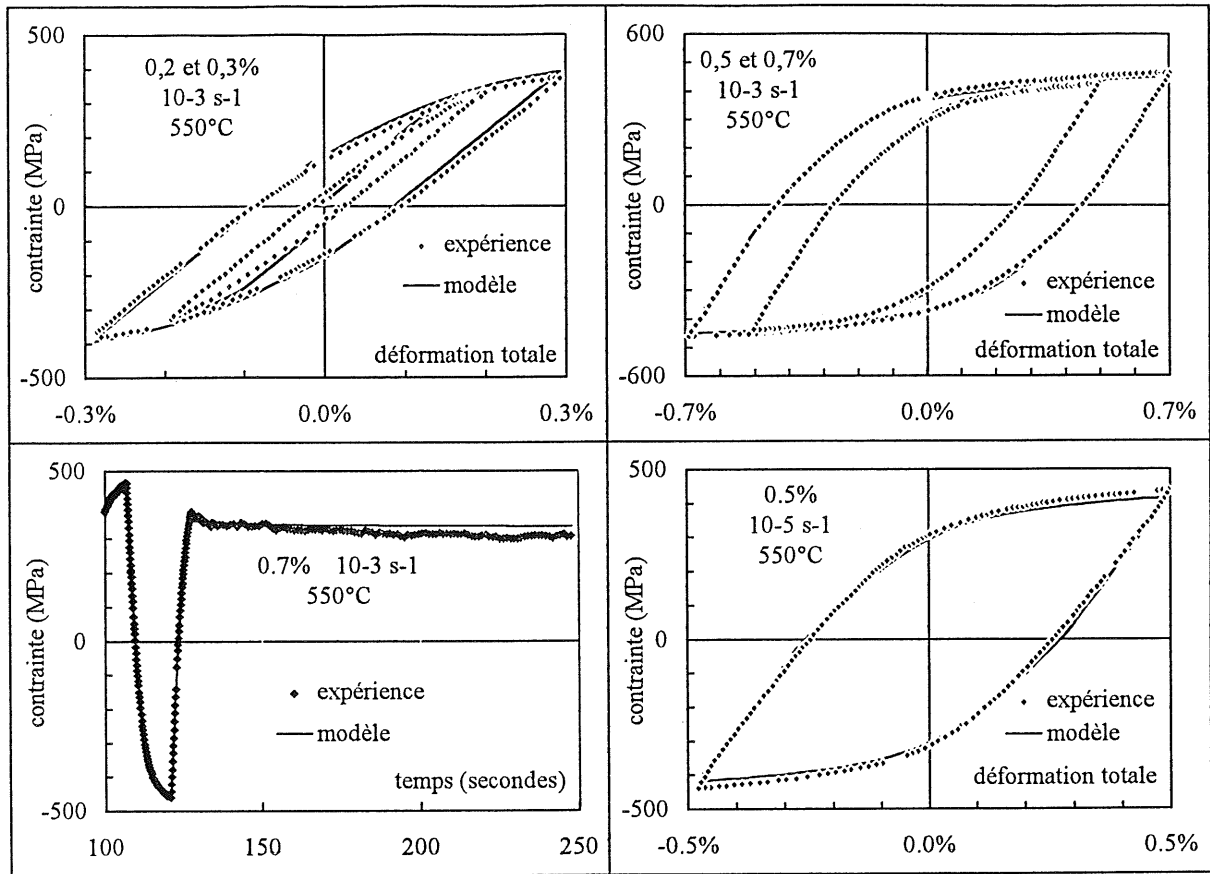


Figure B-40 : Résultats du modèle «une phase» : cycles stabilisés à 550°C

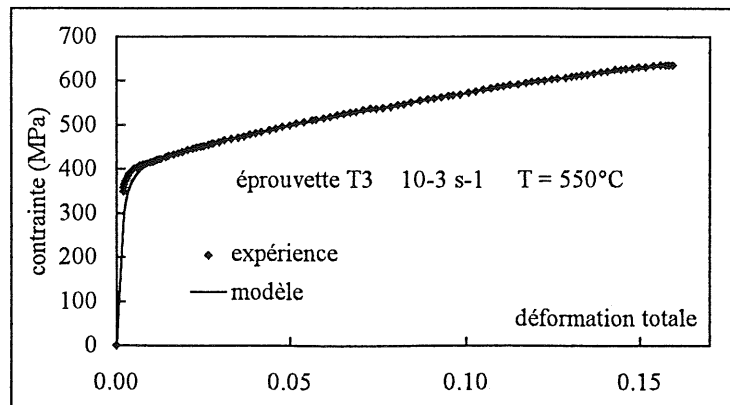


Figure B-41: Résultats du modèle «une phase» : essai de traction à 550°C

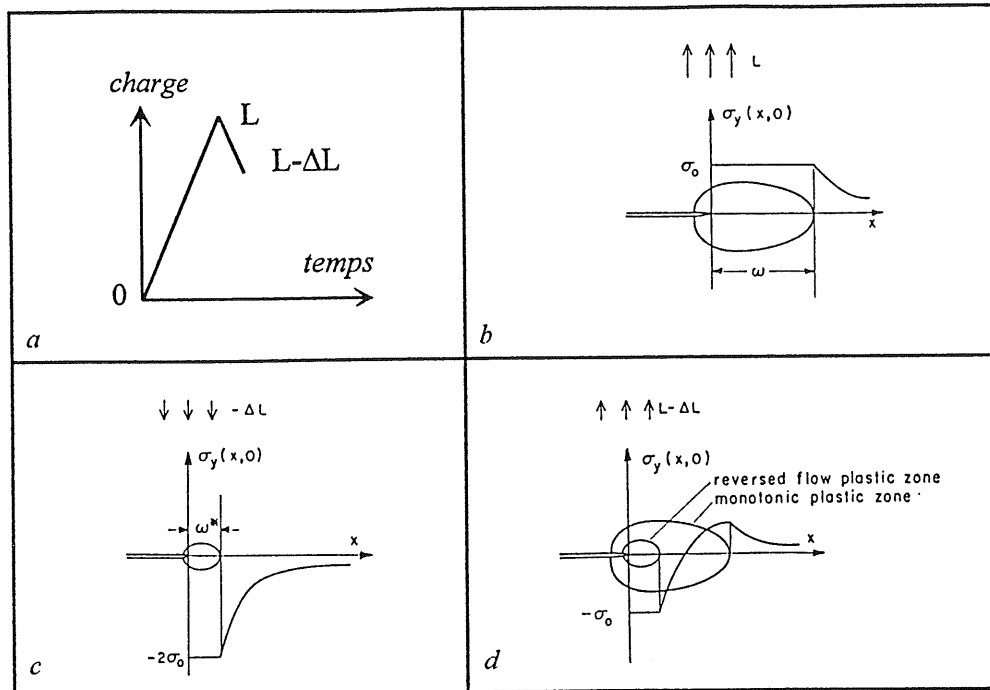


Figure B-42 : Contrainte d'ouverture en fatigue : approche de Rice [1967]

- a - chargement appliqué
- b - zone plastique au chargement (L)
- c - zone plastique au chargement (-ΔL)
- d - zone plastique à (L-ΔL) (b + c)

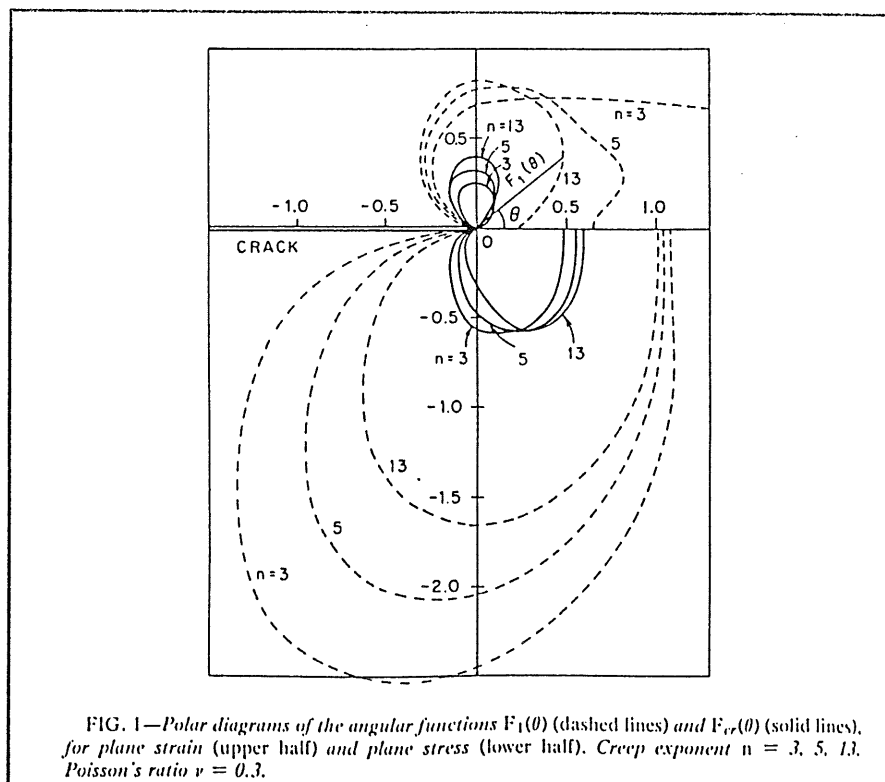


FIG. 1—Polar diagrams of the angular functions $F_1(\theta)$ (dashed lines) and $F_{cr}(\theta)$ (solid lines), for plane strain (upper half) and plane stress (lower half). Creep exponent $n = 3, 5, 13$. Poisson's ratio $\nu = 0.3$.

Figure B-43 : Fonction de forme de la zone viscoplastique en fluage, en déformation plane et en mode d'ouverture [Riedel 1980]

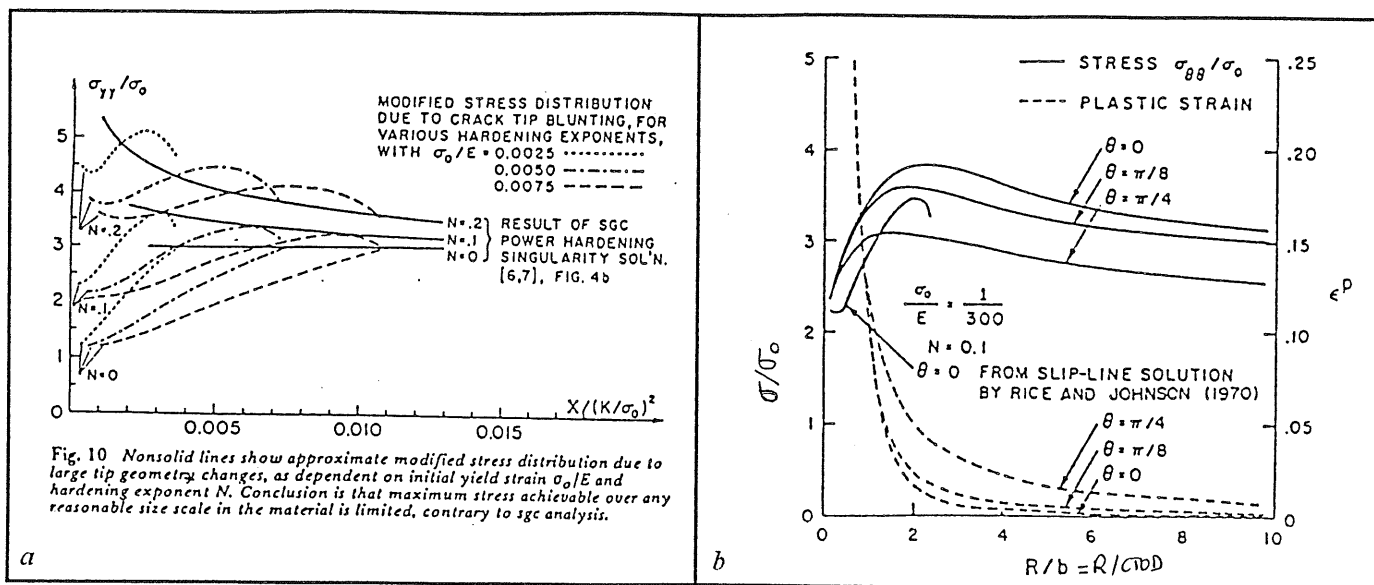


Figure B-44 : Profils de contrainte sur le ligament : effet de l'émoussement

a - lignes de glissement [Rice et Johnson 1970]

b - calcul par éléments finis [McMeeking 1977]

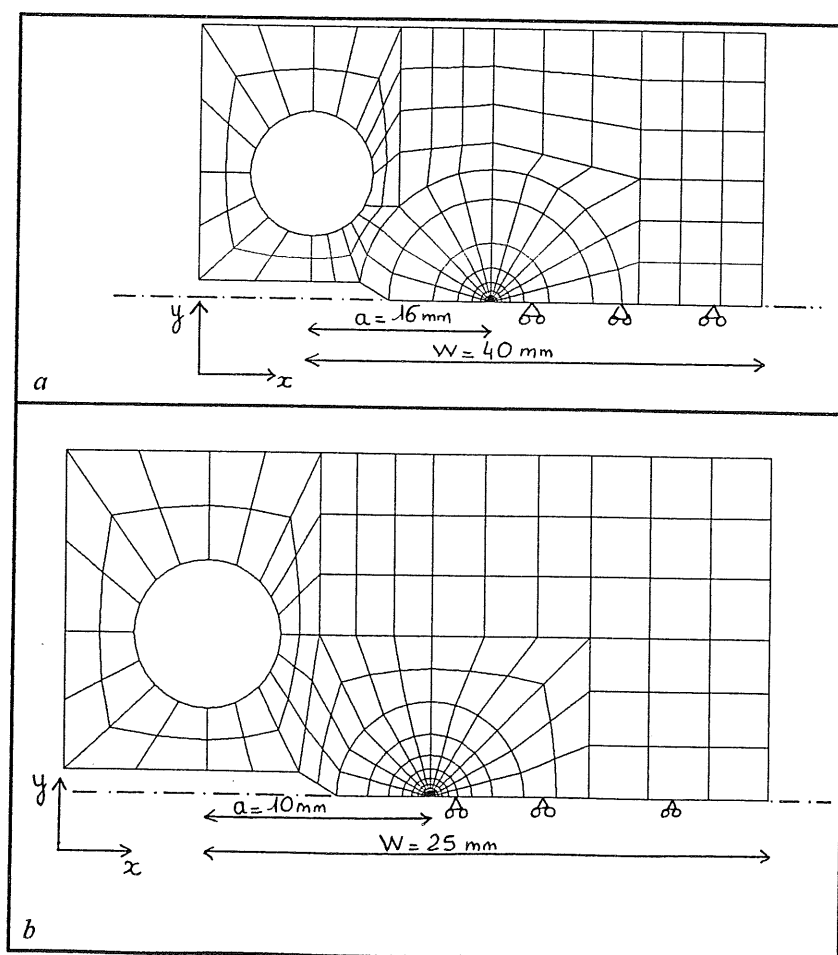


Figure B-45 : Maillage des deux éprouvettes CT

a - CT 20-10 : simulations et essais à 550°C

b - CT 12,5-10 : simulations à 360°C, essais à 320 et 400°C

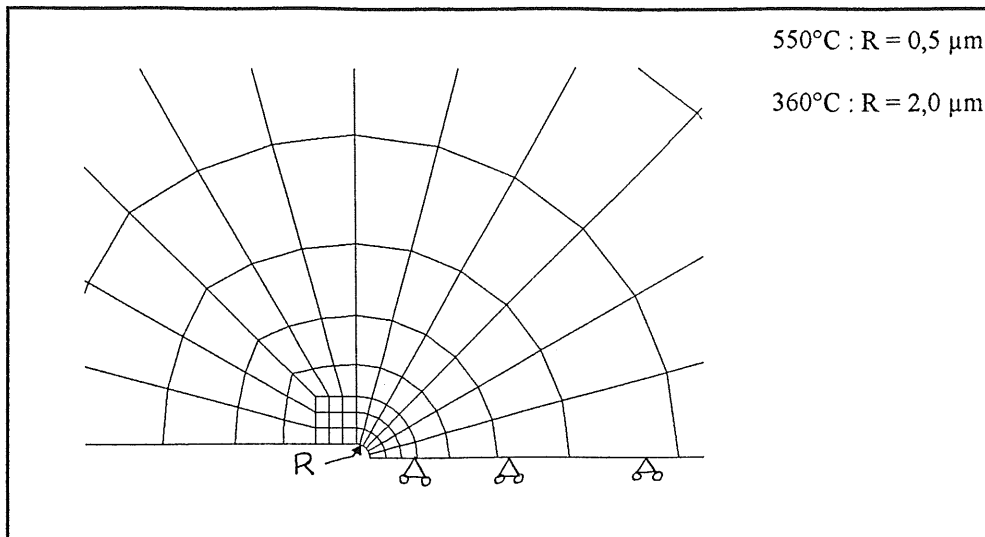


Figure B-46 : Maillage d'un émoussement initial en pointe de fissure

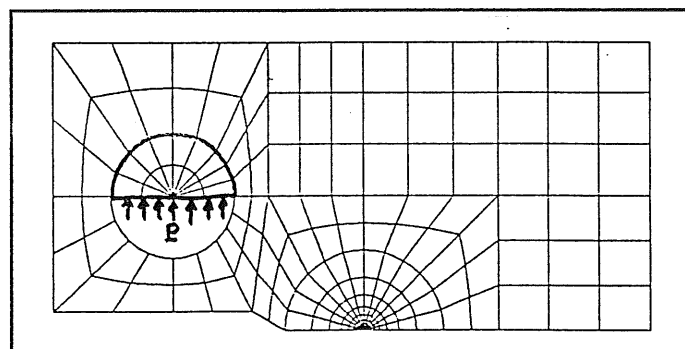


Figure B-47 : Chargement par demi-goupille

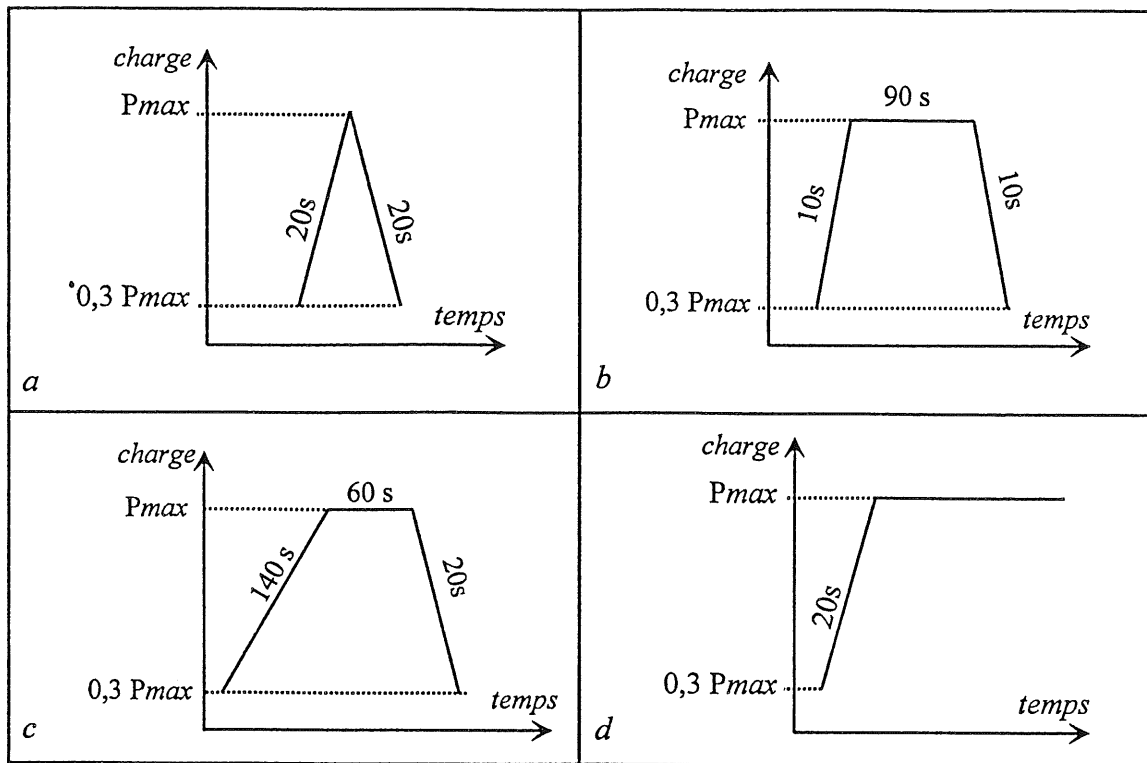


Figure B-48 : Chargements simulés à 550°C

a - cycle 20-20 b - cycle 10-90-10 c - cycle 140-60-20 d - « fluage pur »

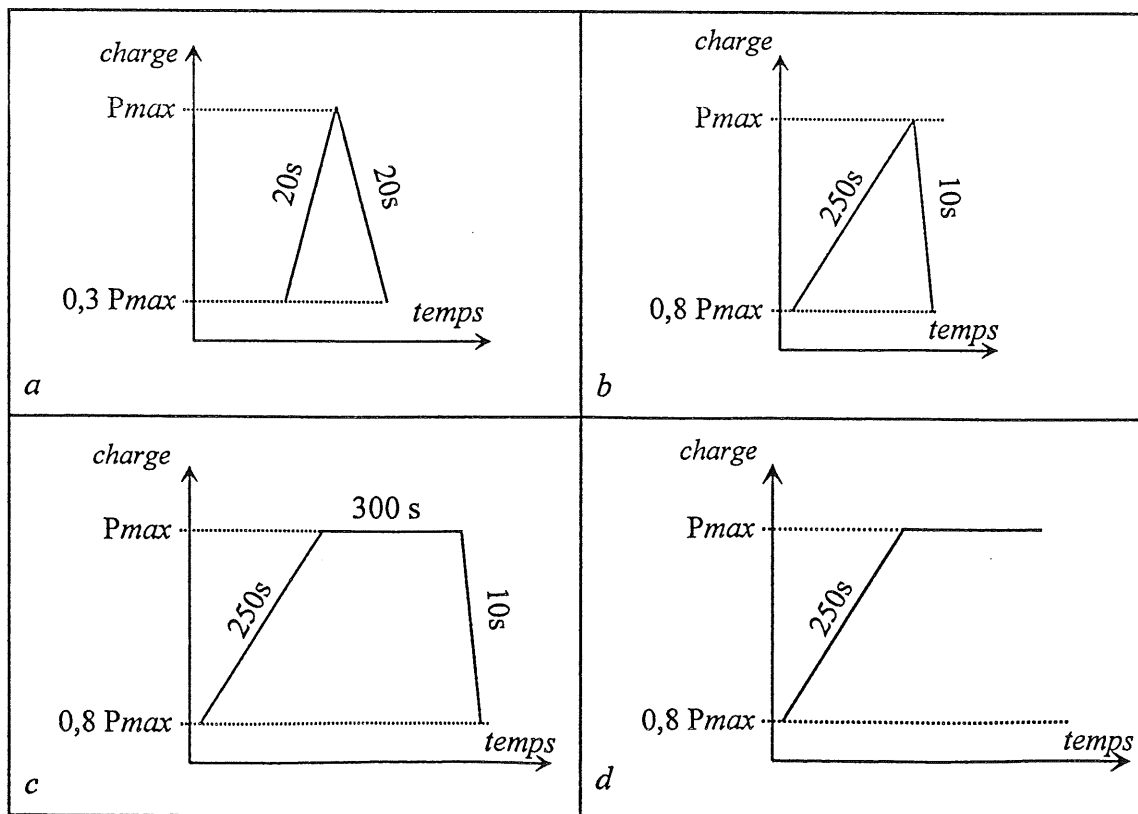
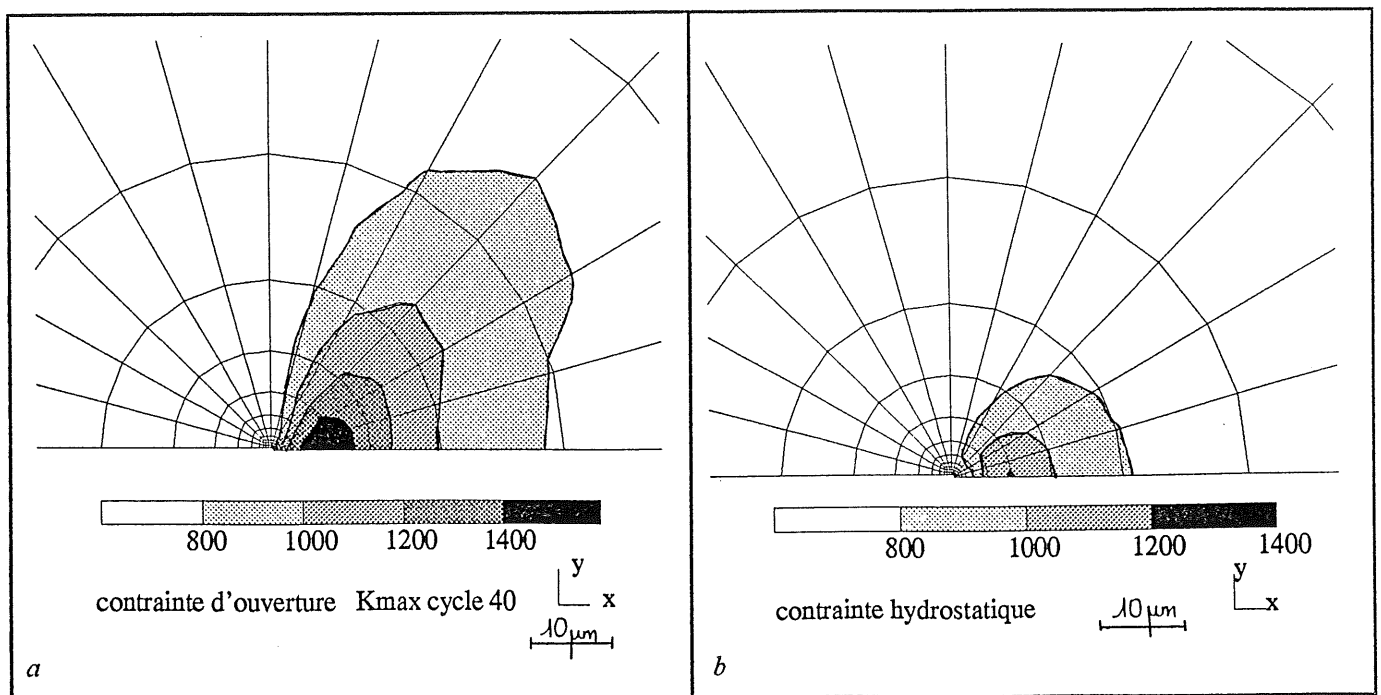
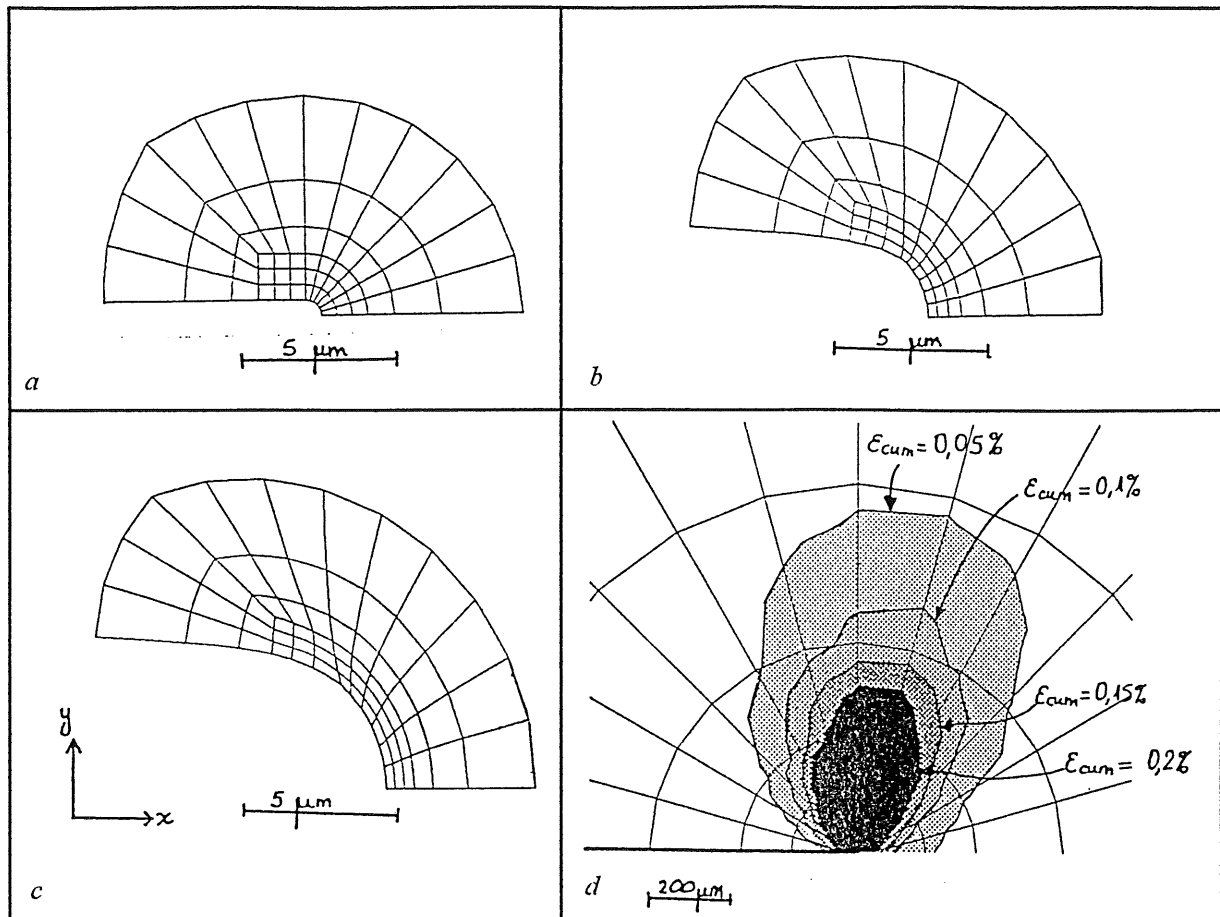


Figure B-49 : Chargements simulés à 360°C

a - cycle 20-20 b - cycle 250-10 c - cycle 250-300-10 d - « fluage pur »



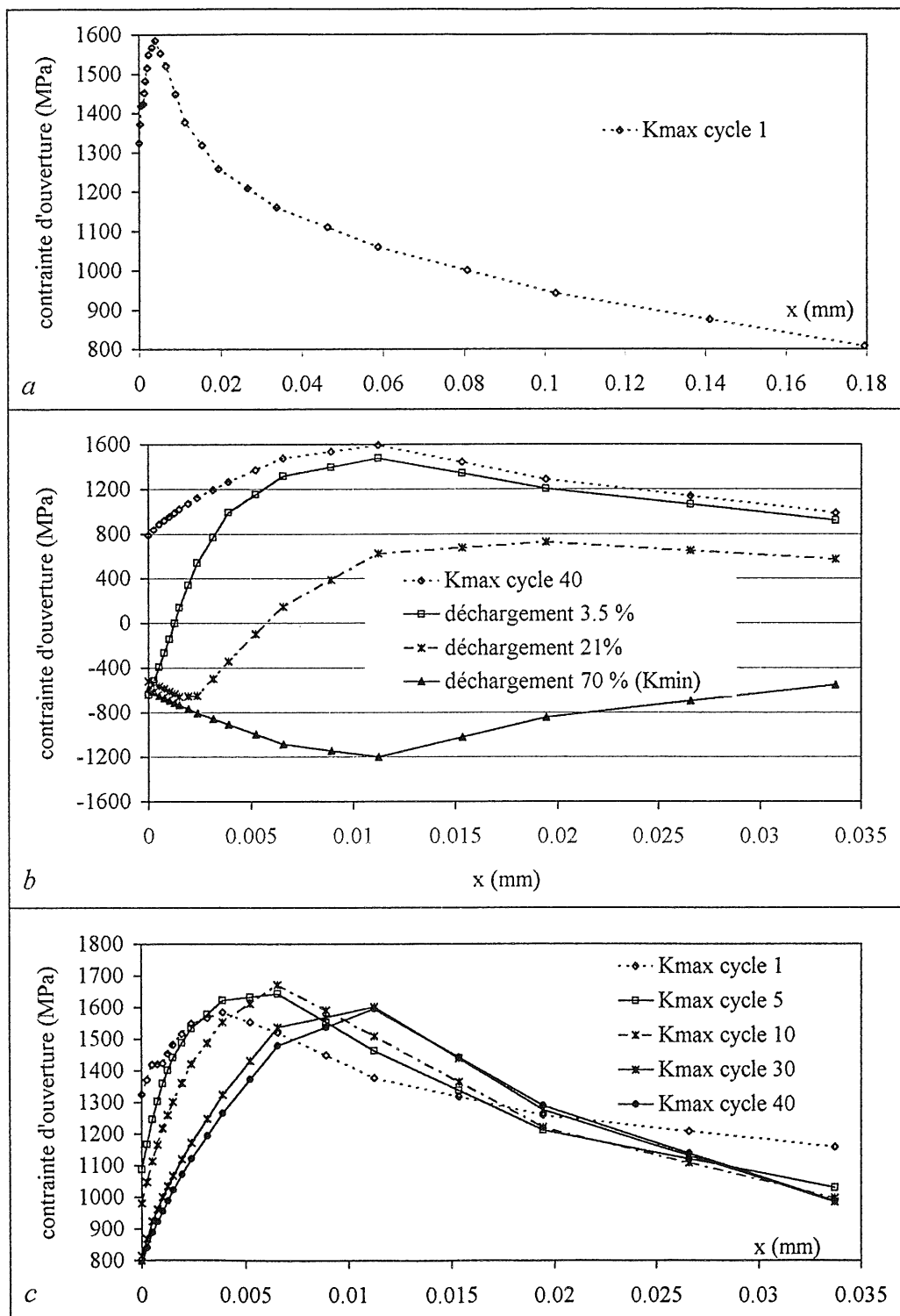


Figure B-52 : Evolution de la contrainte d'ouverture sur le ligament : cycles 20-20 à 550°C

a - profil sur le ligament

b - effet d'un déchargement : zone proche de la pointe de la fissure

c - évolution du pic à la charge maximale au cours de l'essai

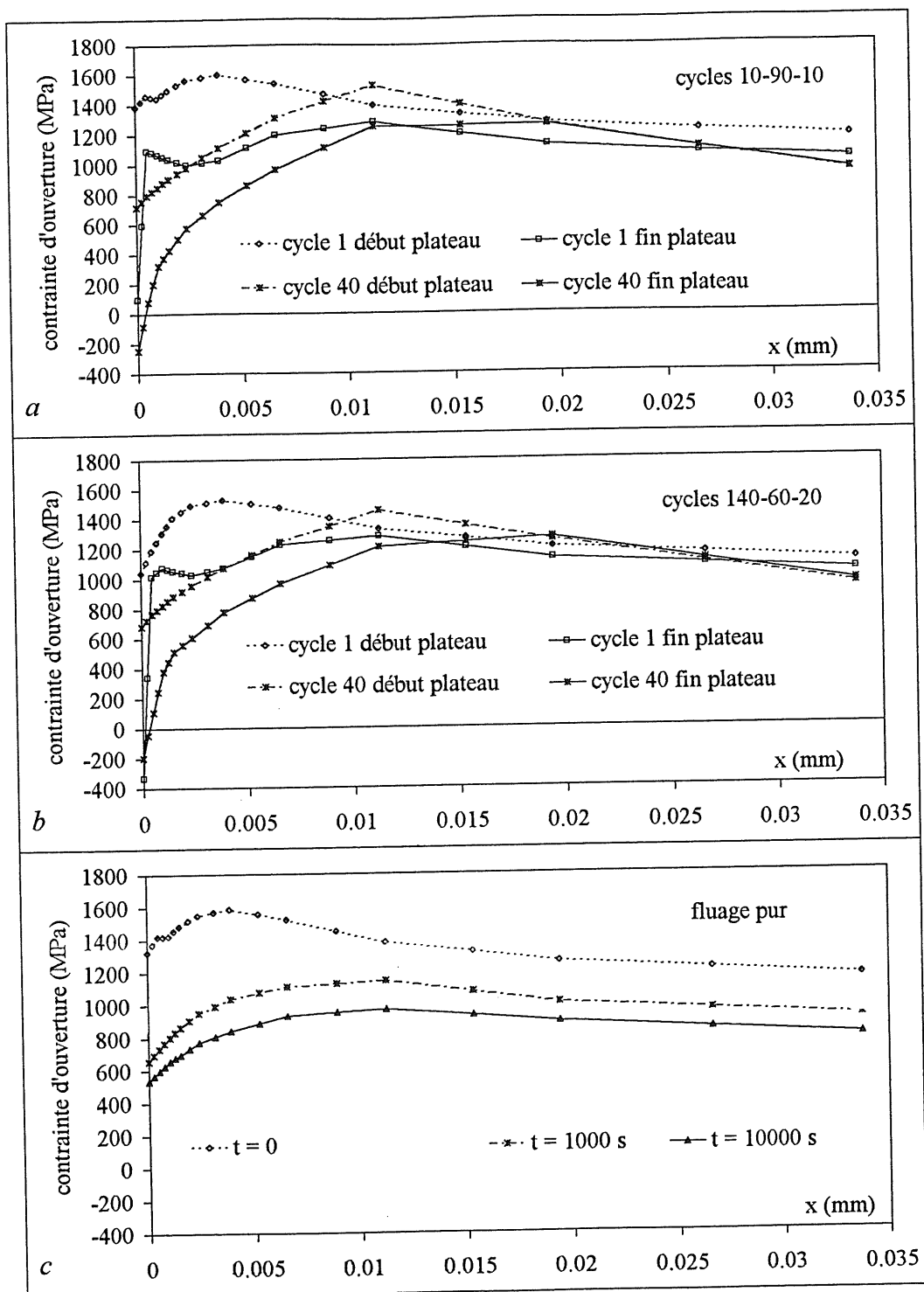


Figure B-53 : Evolution de la contrainte d'ouverture sur le ligament :
 fatigue-fluage et fluage à 550°C
 a - cycles 10-90-10 b - cycles 140-60-20 c - « fluage pur »

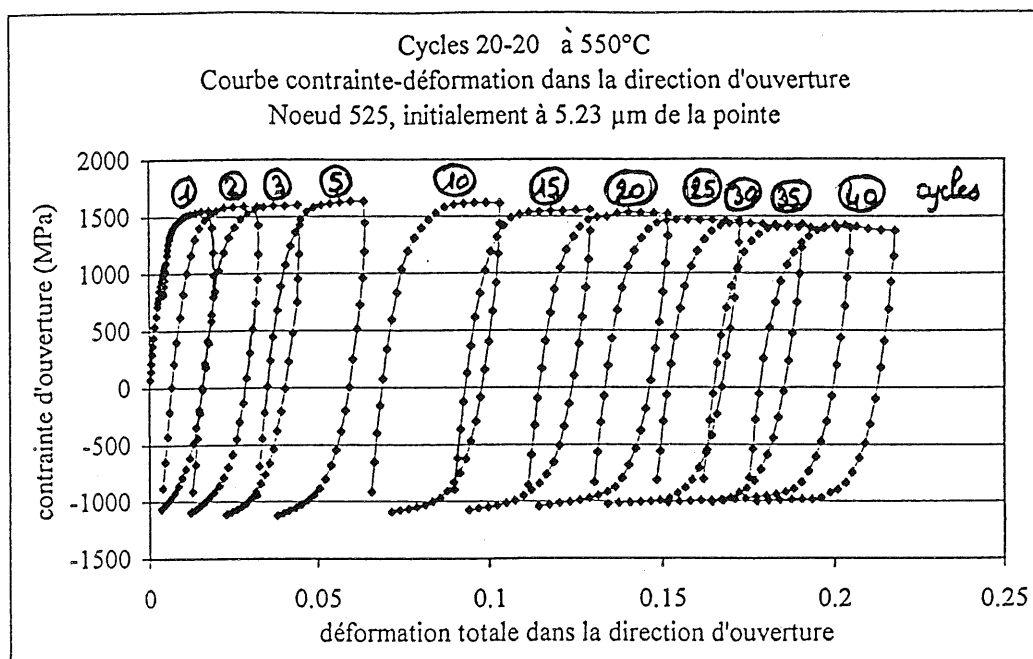


Figure B-54 : Courbe contrainte-déformation : cycles 20-20 à 550°C

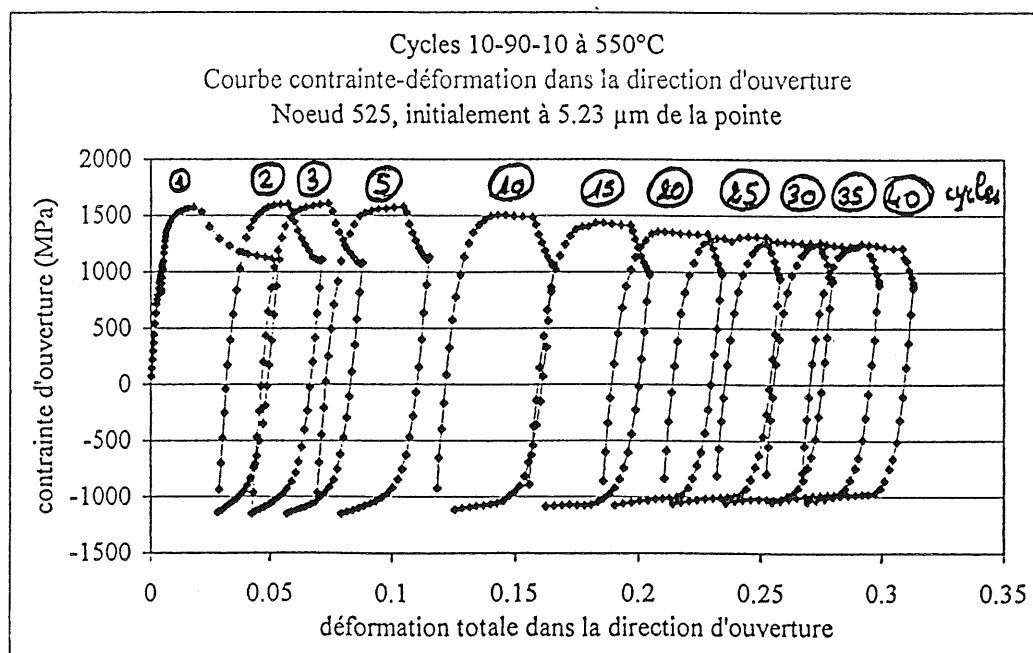


Figure B-55 : Courbe contrainte-déformation : cycles 10-90-10 à 550°C

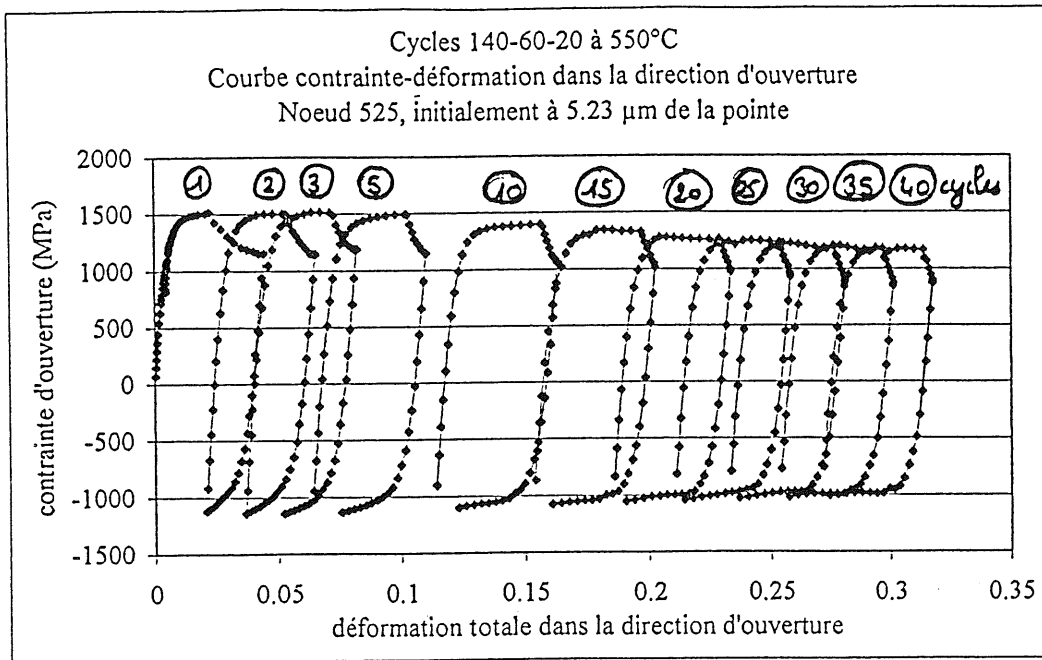


Figure B-56 : Courbe contrainte-déformation : cycles 140-60-20 à 550°C

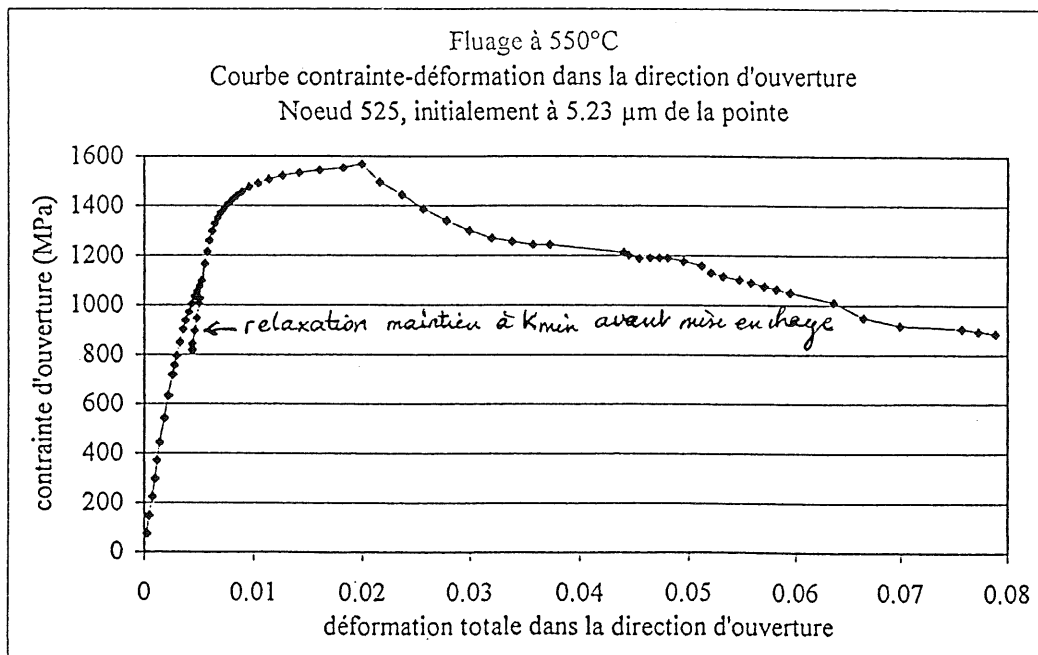


Figure B-57 : Courbe contrainte-déformation : « fluage pur » à 550°C

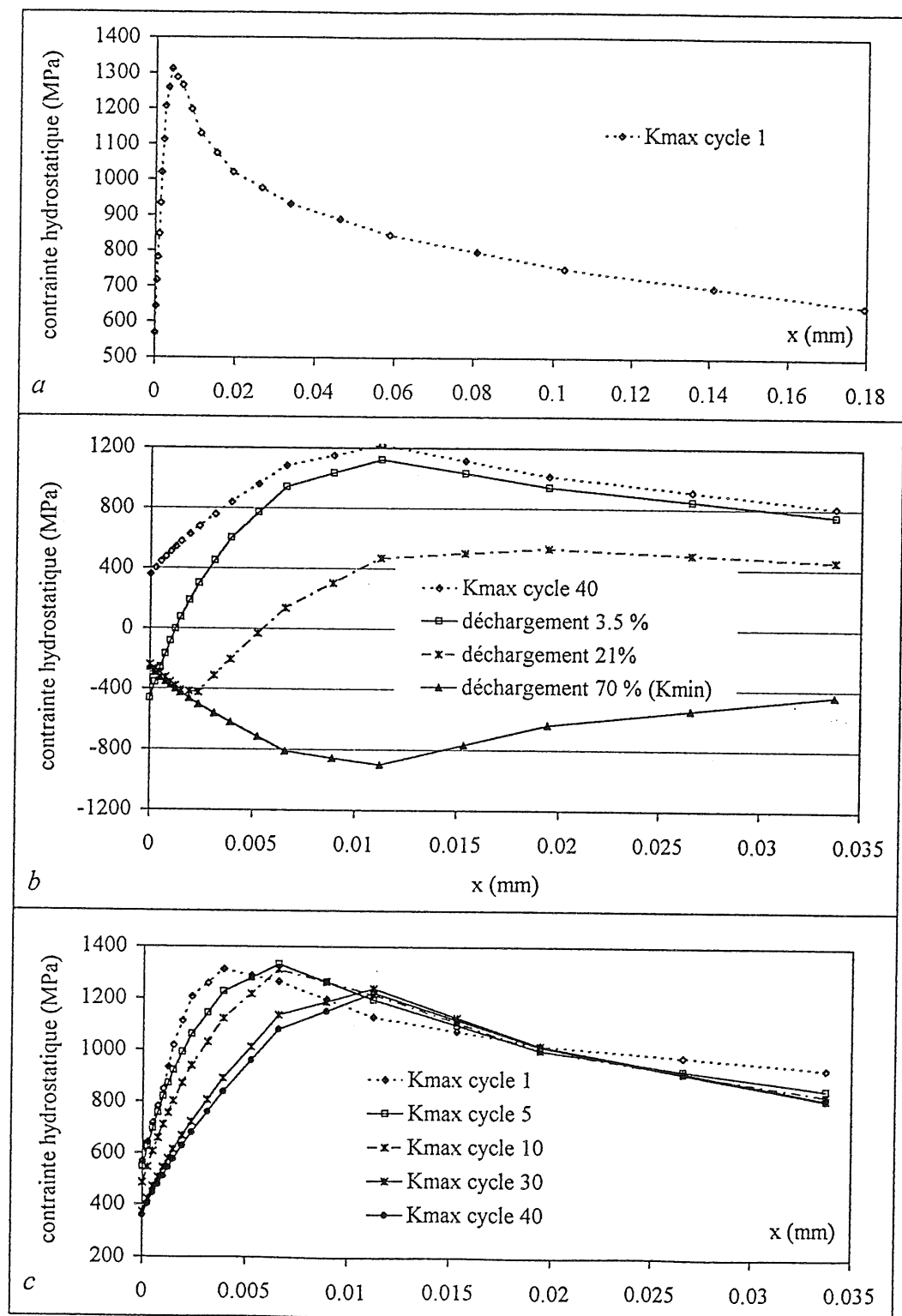


Figure B-58 : Evolution de la contrainte hydrostatique sur le ligament : cycles 20-20 à 550°C

a - profil sur le ligament

b - effet d'un déchargement : zone proche de la pointe de la fissure

c - évolution du pic à la charge maximale au cours de l'essai

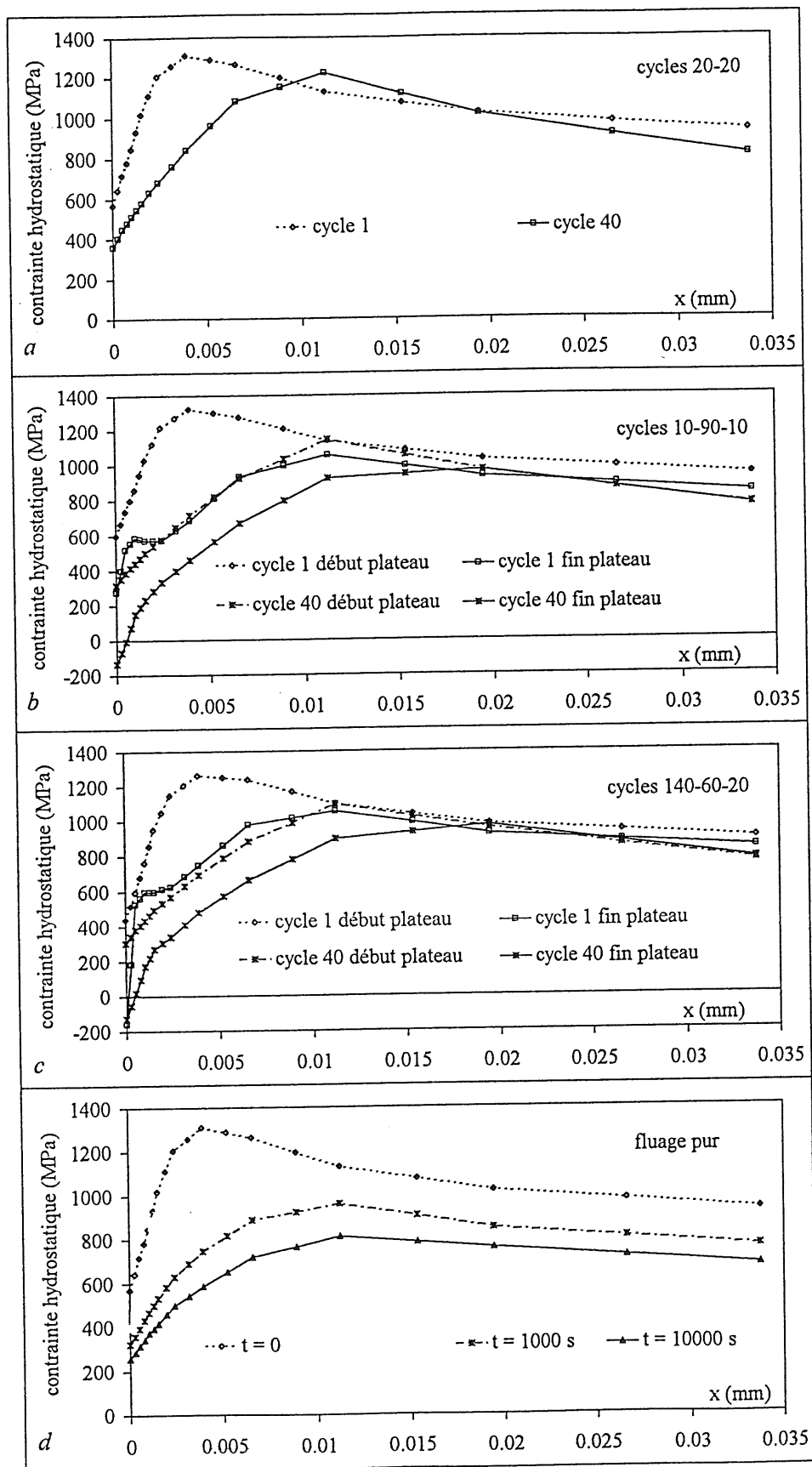


Figure B-59 : Evolution de la contrainte hydrostatique à la charge maximale à 550°C
 a - cycles 20-20 b - cycles 10-90-10 c - cycles 140-60-20 d - « fluage pur »

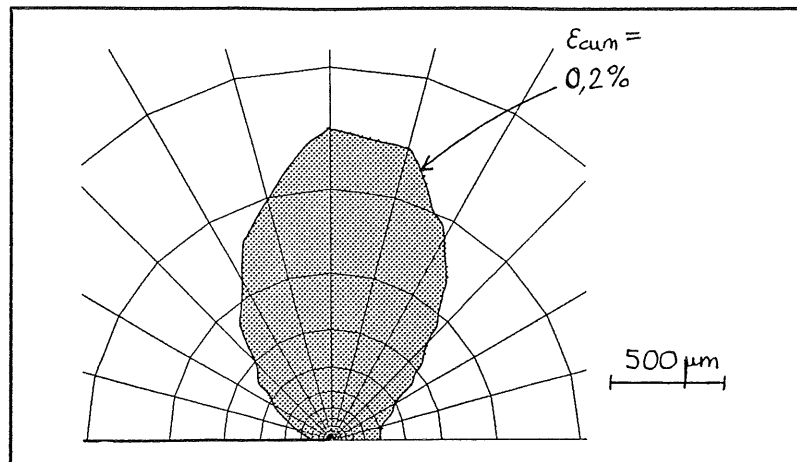


Figure B-60 : Zone viscoplastique à $K = K_{max}$ pour le dernier cycle 250-10 à 360°C

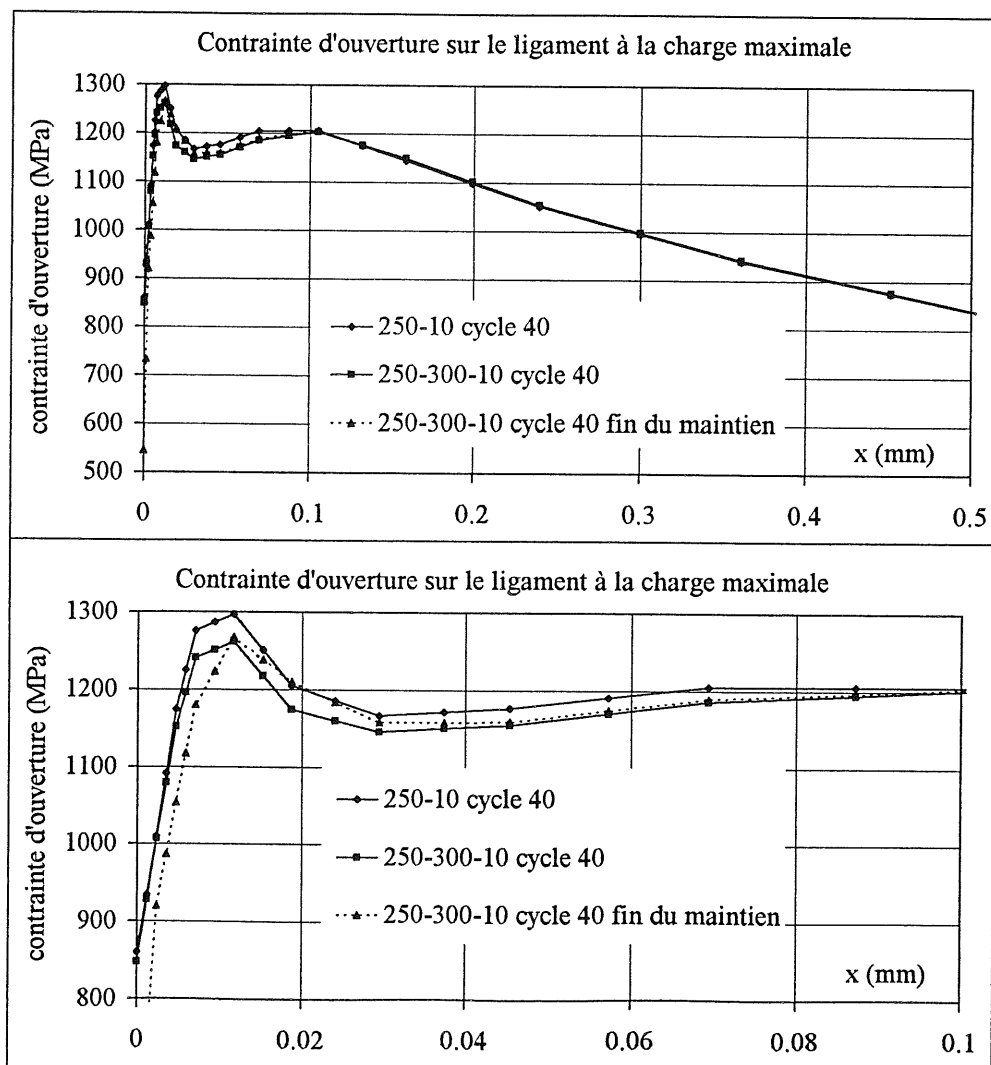


Figure B-61 : Effet d'un temps de maintien à la charge maximale à 360°C

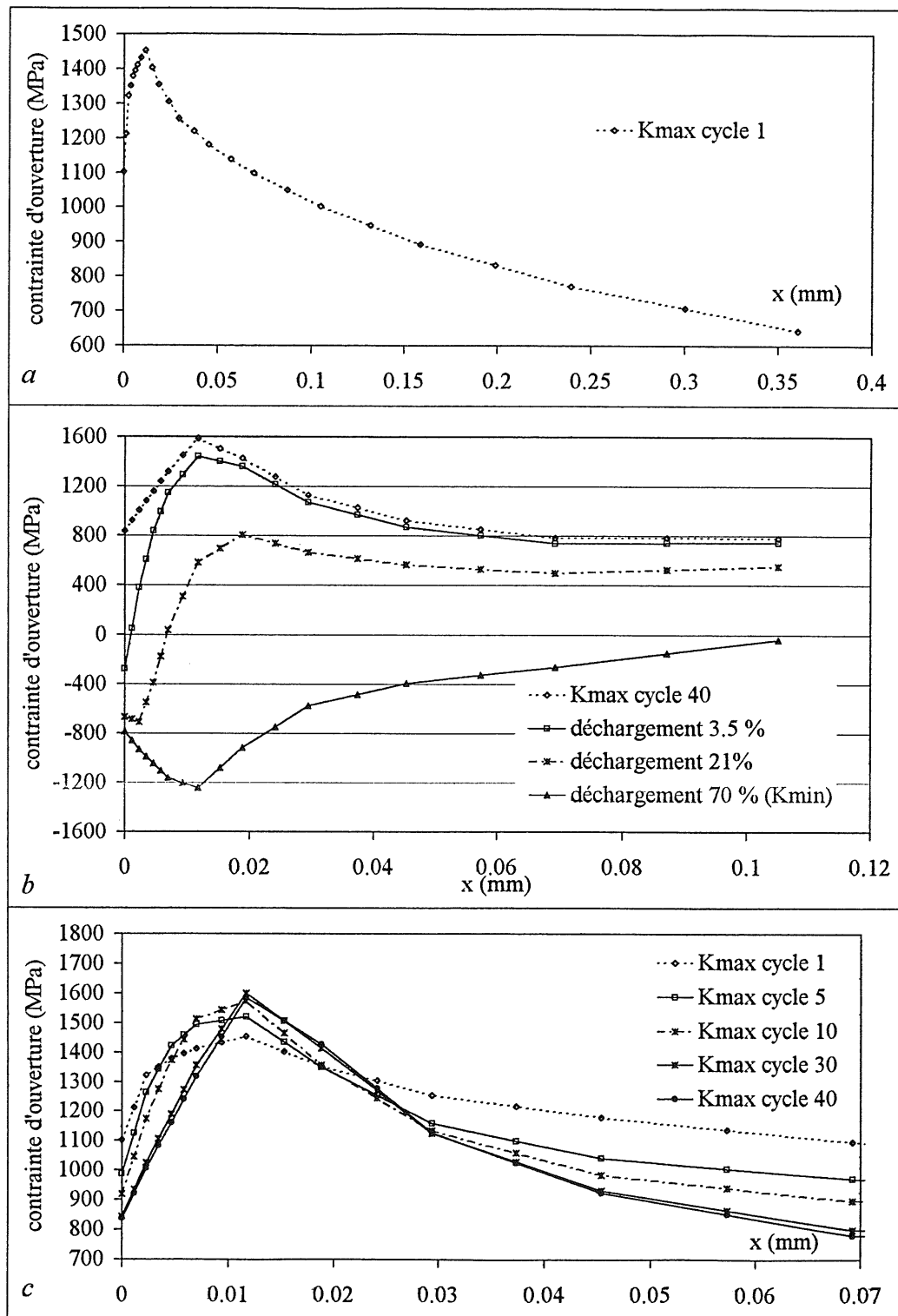


Figure B-62 : Evolution de la contrainte d'ouverture sur le ligament : cycles 20-20 à 360°C

a - profil sur le ligament

b - effet d'un déchargement : zone proche de la pointe de la fissure

c - évolution du pic à la charge maximale au cours de l'essai

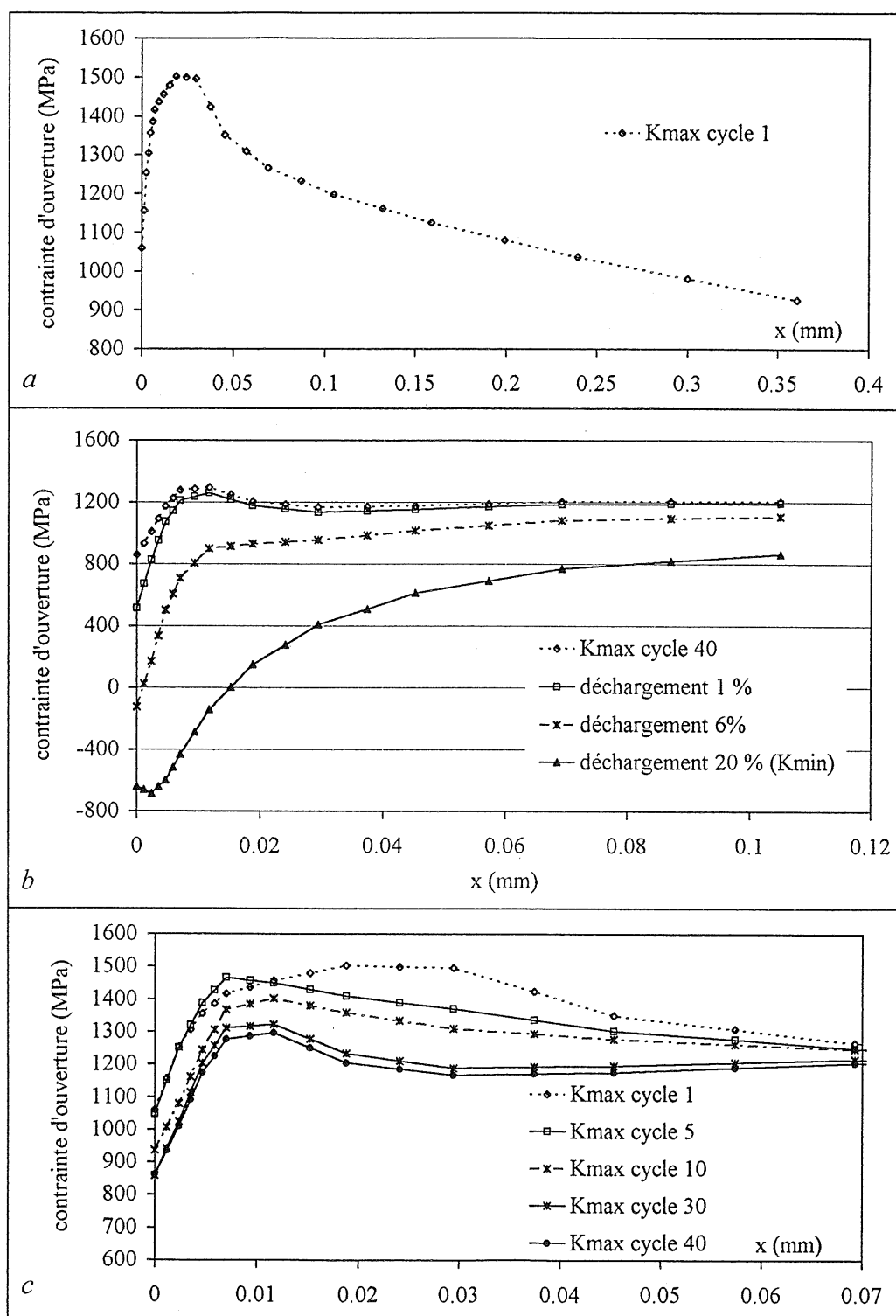


Figure B-63 : Evolution de la contrainte d'ouverture sur le ligament : cycles 250-10 à 360°C
 a - profil sur le ligament
 b - effet d'un déchargement : zone proche de la pointe de la fissure
 c - évolution du pic à la charge maximale au cours de l'essai

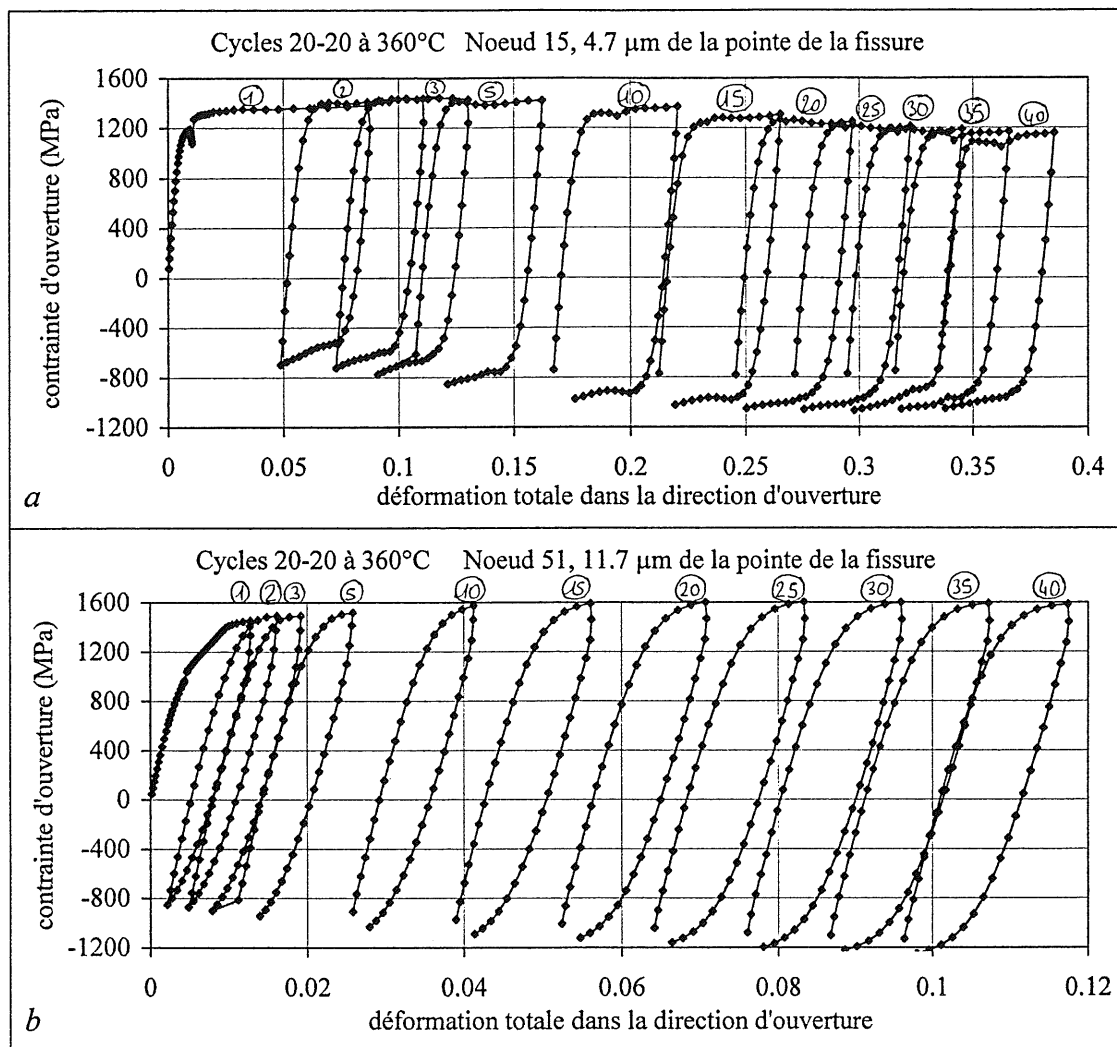


Figure B-64 : Courbes contrainte-déformation : cycles 20-20 à 360°C

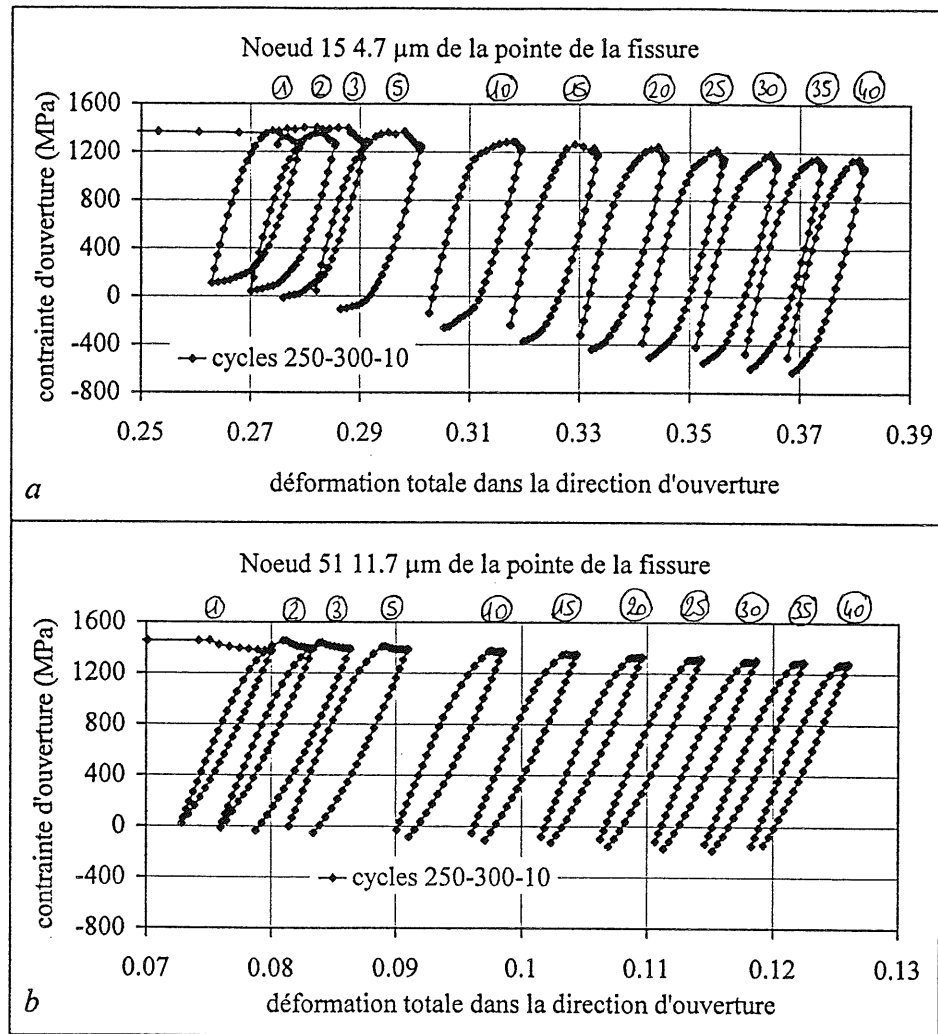


Figure B-65 : Courbes contrainte-déformation : cycles 250-300-10 à 360°C

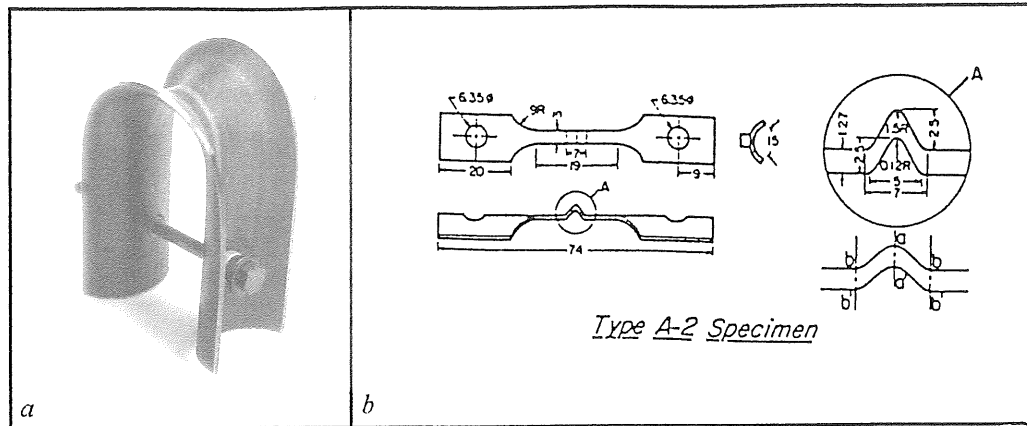


Figure B-66 : Eprouvettes de corrosion sous contrainte avec chargement local en compression-traction
 a - éprouvette selle de cheval b - éprouvette de traction lente poinçonnée à froid [Totsuka 1986]

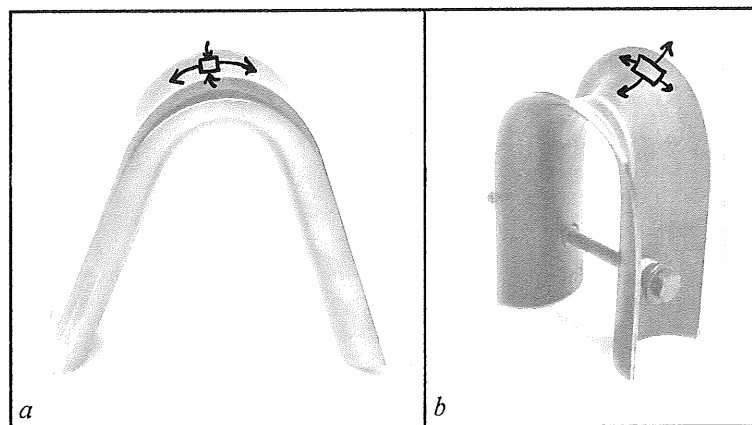


Figure B-67 : Mise en forme d'une éprouvette selle de cheval
 a - pliage à 45° : ailes déformées en traction dans la direction axiale
 b - serrage final : ailes « ouvertes », déformées en traction dans la direction tangentielle

COMPORTEMENT MECANIQUE DE L'ALLIAGE 600

ANNEXES

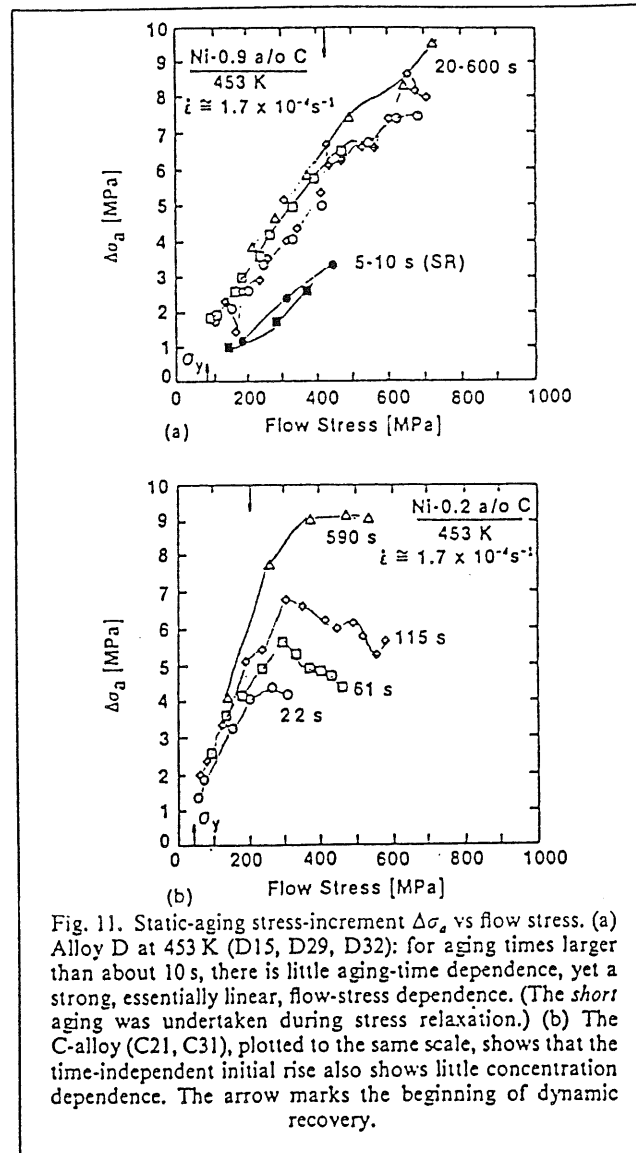


Fig. 11. Static-aging stress-increment $\Delta\sigma_a$ vs flow stress. (a) Alloy D at 453 K (D15, D29, D32): for aging times larger than about 10 s, there is little aging-time dependence, yet a strong, essentially linear, flow-stress dependence. (The *short* aging was undertaken during stress relaxation.) (b) The C-alloy (C21, C31), plotted to the same scale, shows that the time-independent initial rise also shows little concentration dependence. The arrow marks the beginning of dynamic recovery.

Figure B-a₁-1 : Vieillissement statique dans les alliages nickel-carbone [Weinstein 1971]

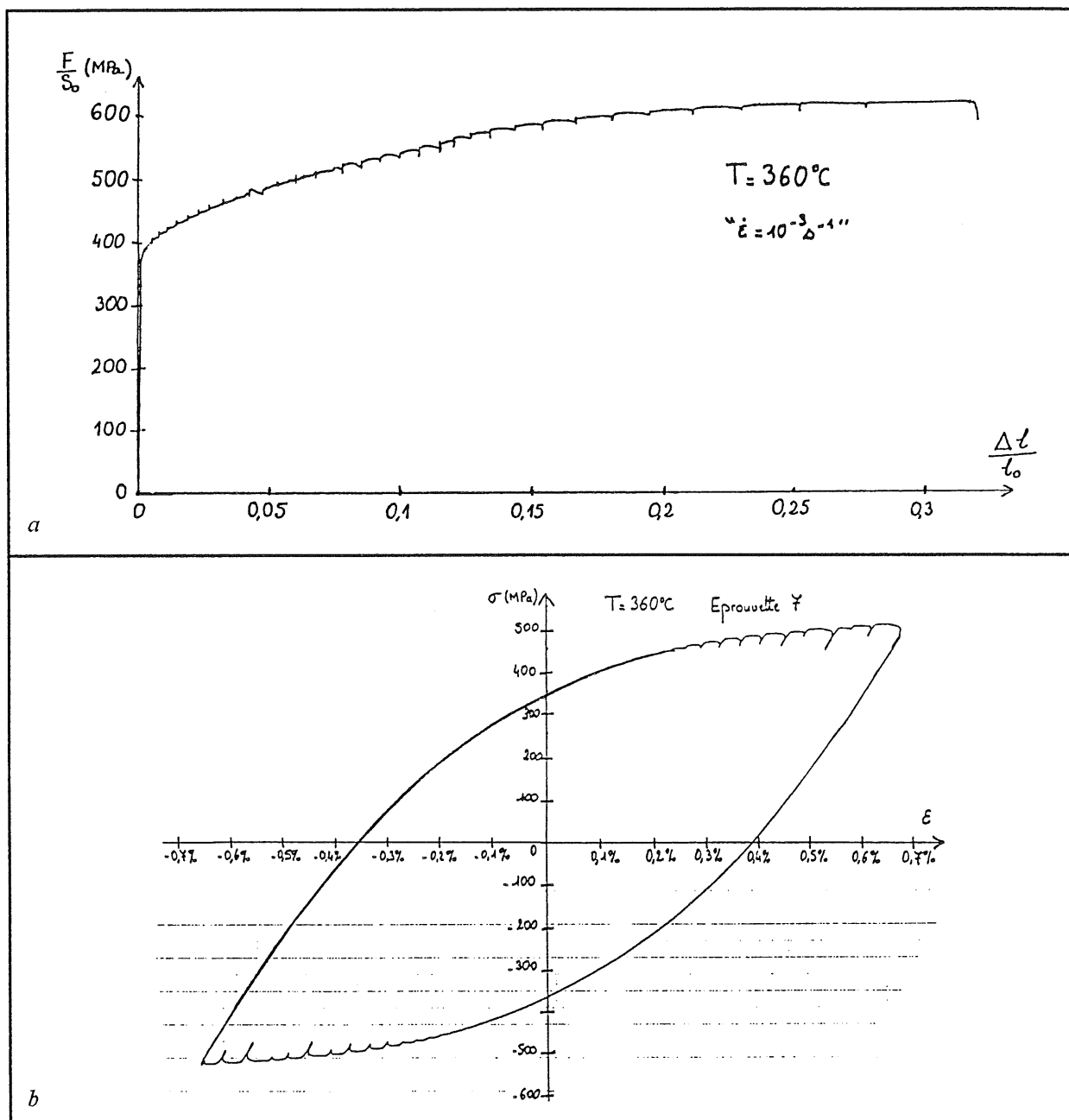


Figure B-a₂-1 : Manifestation de l'effet Portevin-Le Chatelier à 360°C
 a - en traction b - en fatigue

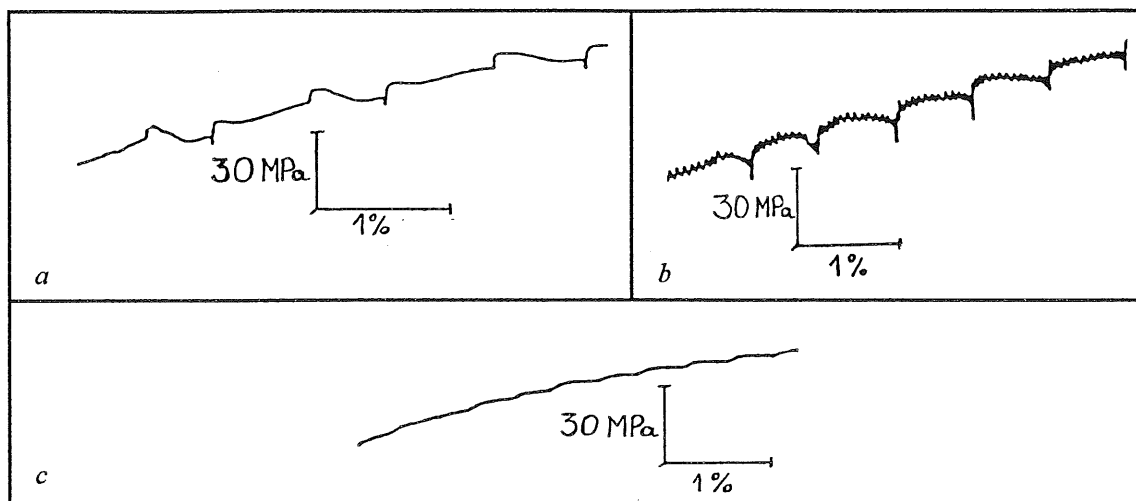


Figure B-a2-2 : Manifestations de l'effet Portevin-le Chatelier en traction en fonction de la température (courbes analogiques)
a - $T = 300^{\circ}\text{C}$ b - $T = 340^{\circ}\text{C}$ c - $T = 600^{\circ}\text{C}$

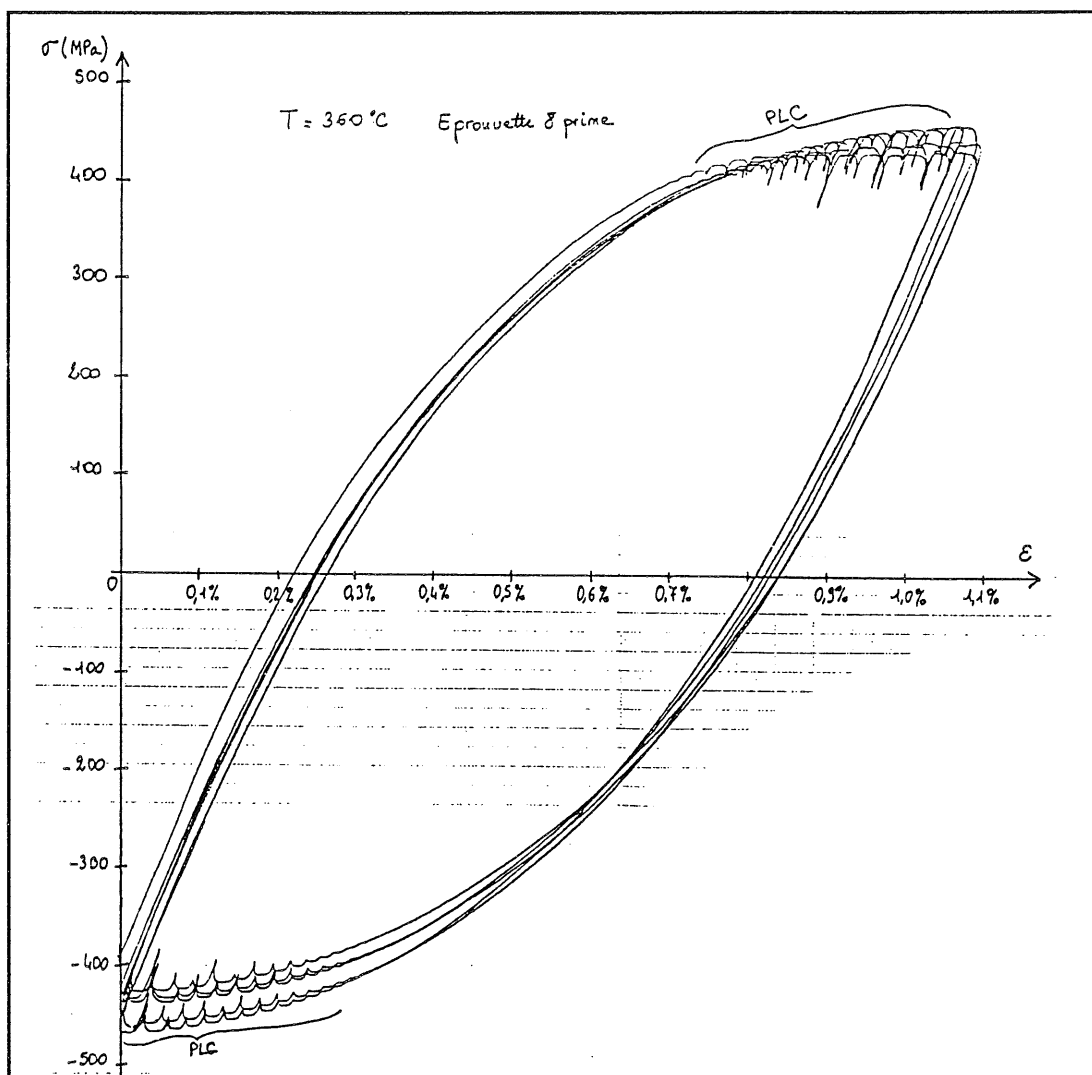


Figure B-a2-3 : Perturbation des cycles de fatigue oligocyclique par l'effet Portevin-Le Chatelier à 360°C

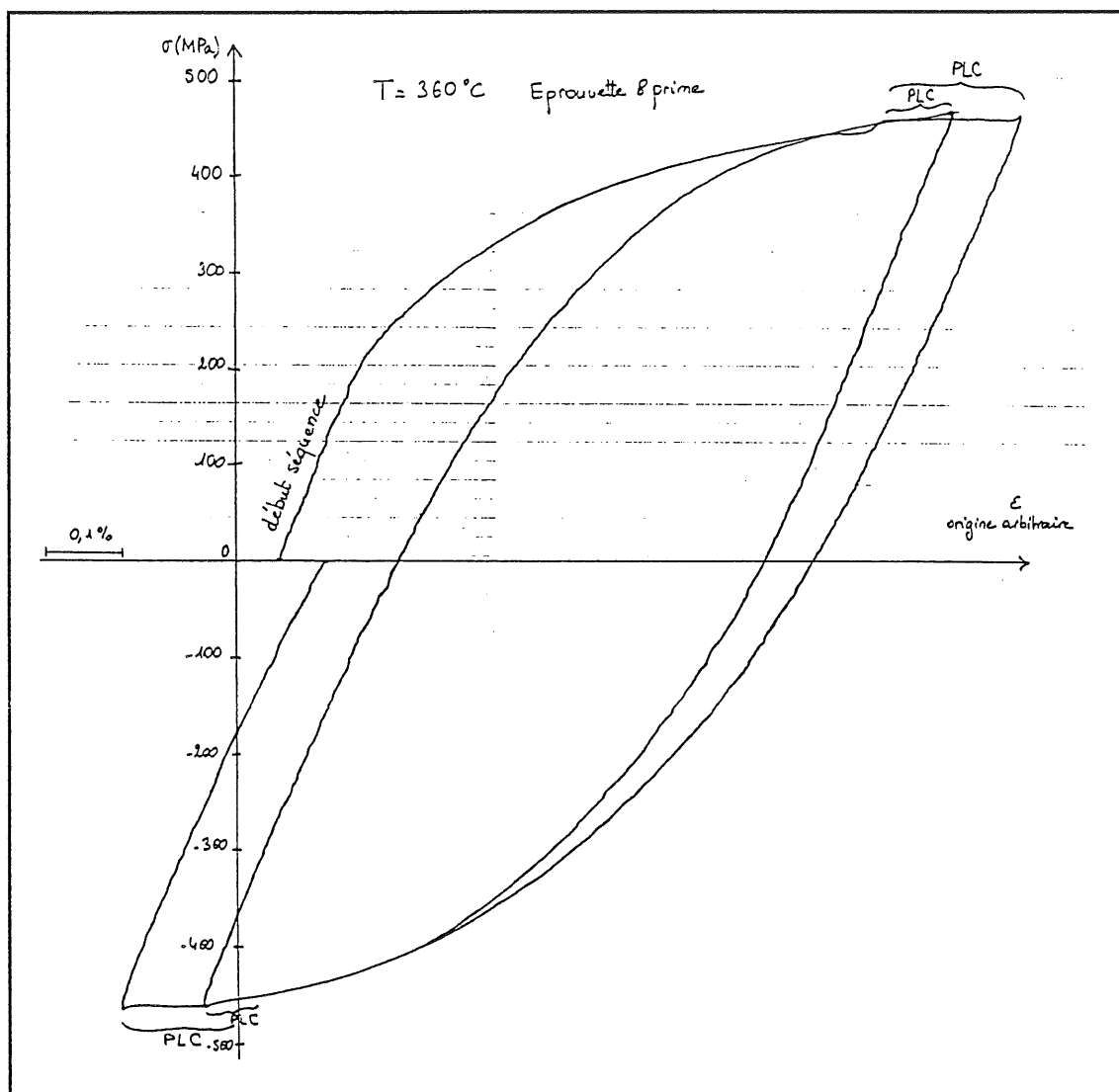


Figure B-a₂-4 : Manifestation de l'effet Portevin-Le Chatelier à force imposée à 360°C

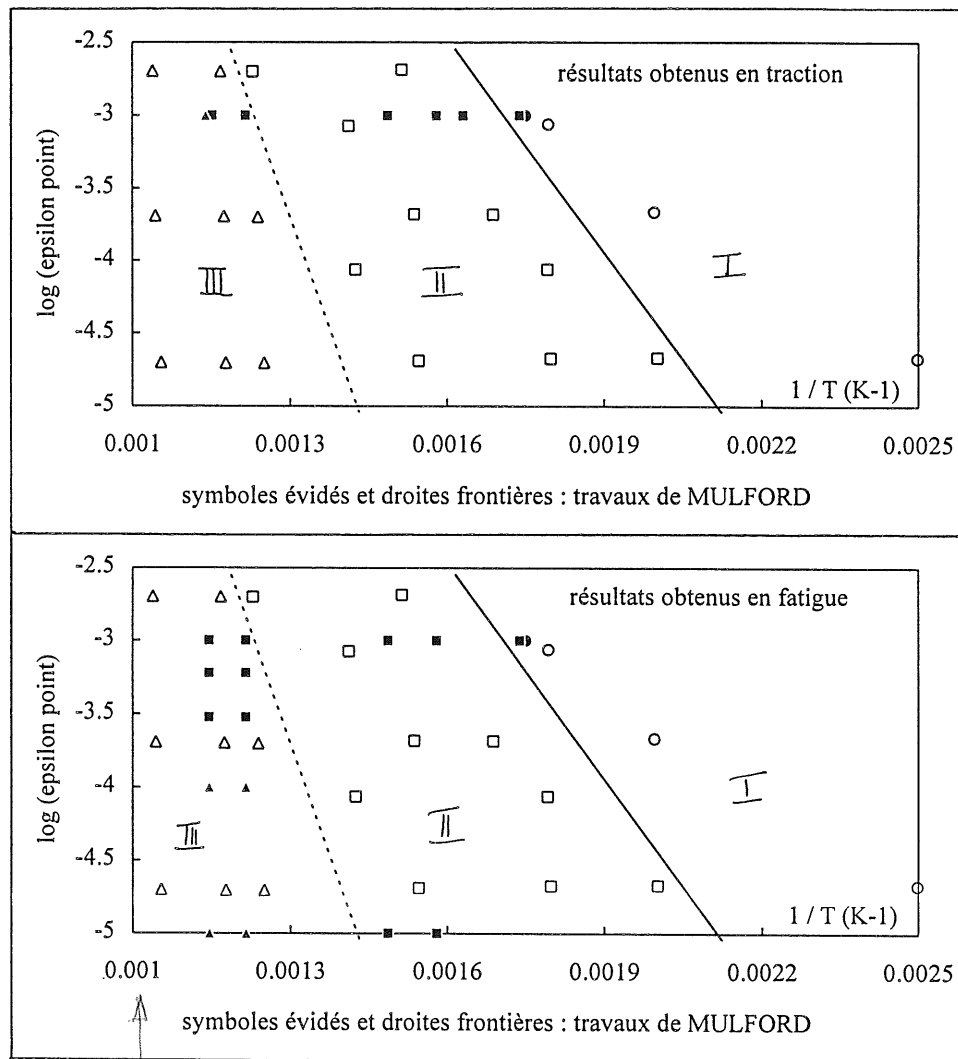


Figure B-a₂-5 : Domaines de manifestation de l'effet Portevin-le Chatelier en traction et en fatigue
Comparaison avec les résultats de Mulford et coll. [1979]

$T(^{\circ}C)$
727

$1000K$

$500K$

$1/T$
 10^{-3}
 2.10^{-3}

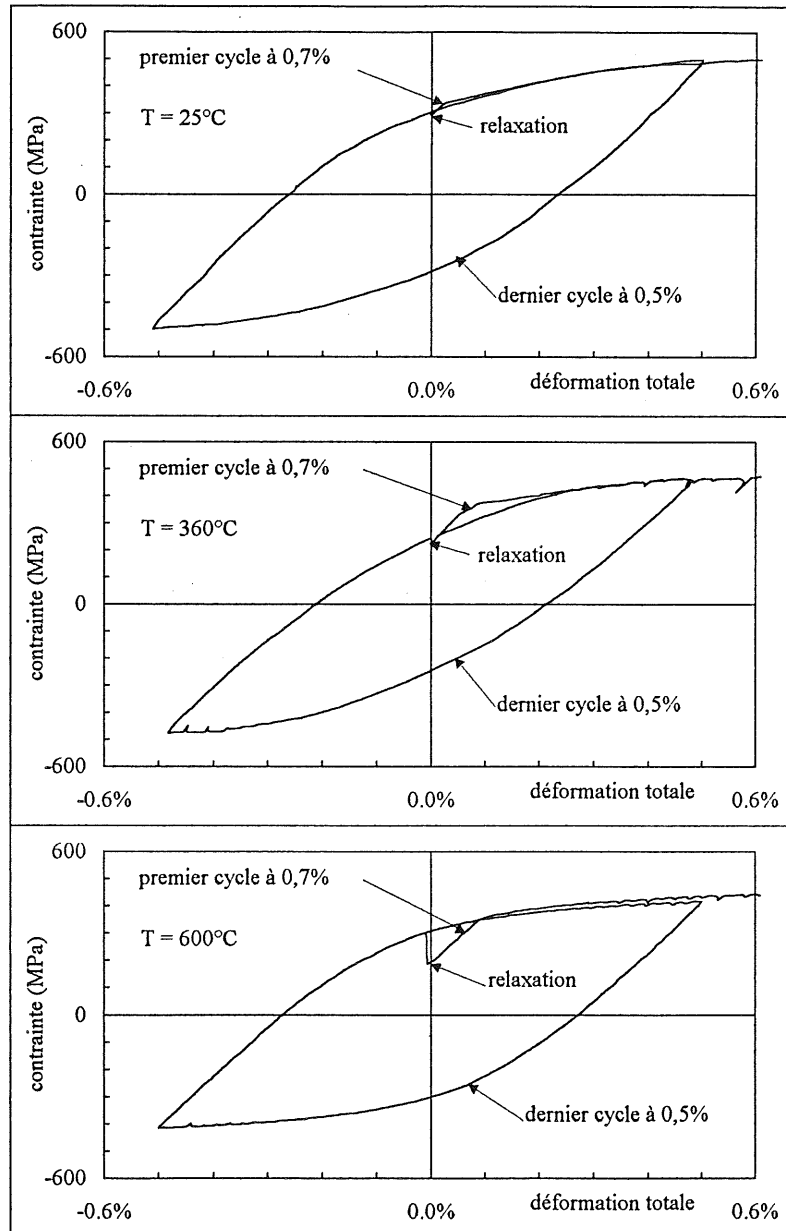


Figure B-a₂-6 : Manifestation du vieillissement statique en début de séquence

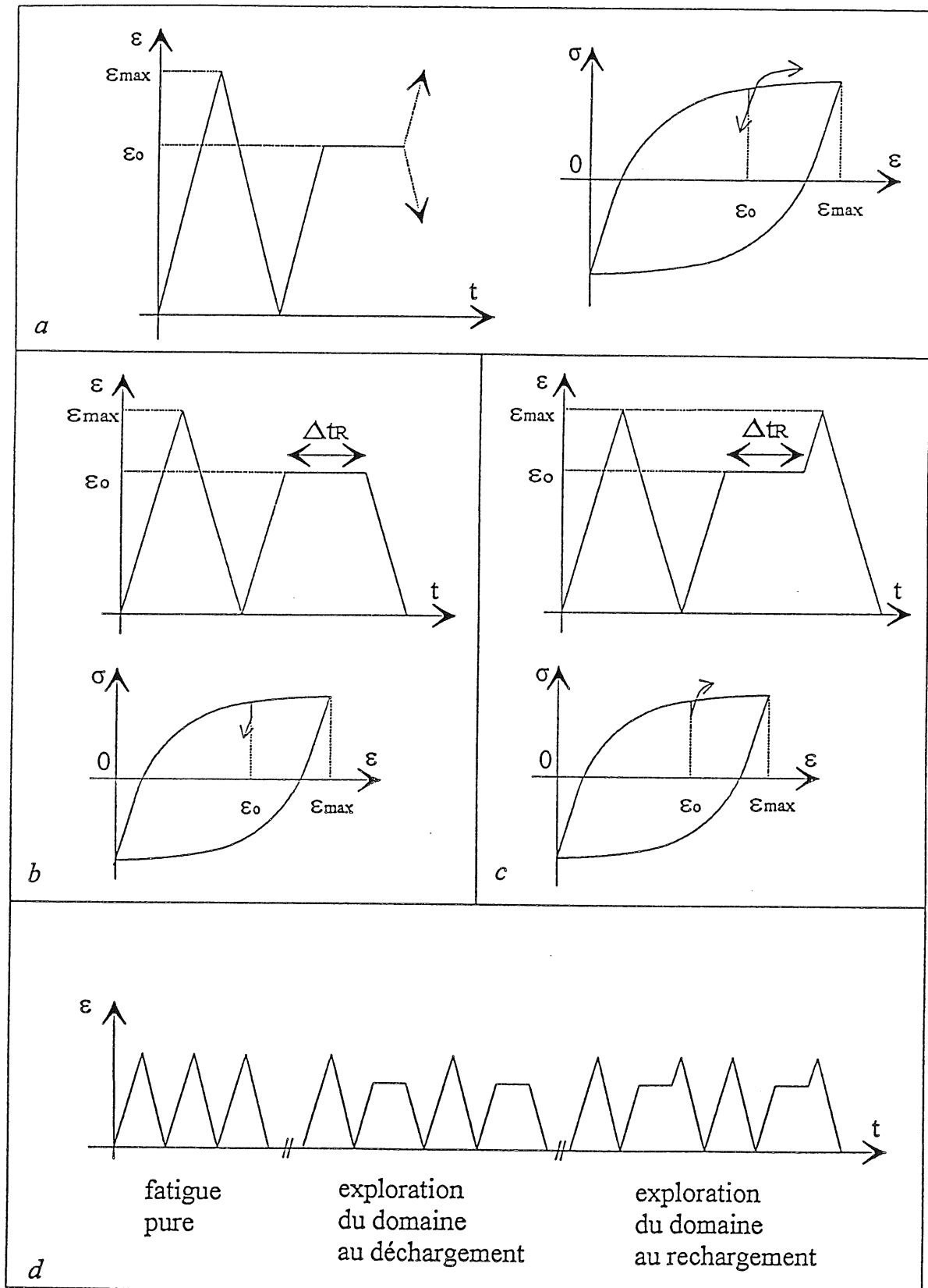


Figure B-a2-7 : Séquences de fatigue-relaxation imposées pour l'étude du vieillissement statique à 360°C

a - cycles de base

b - exploration du domaine linéaire au déchargement

c - exploration du domaine linéaire au rechargement

d - séquence complète de chargement

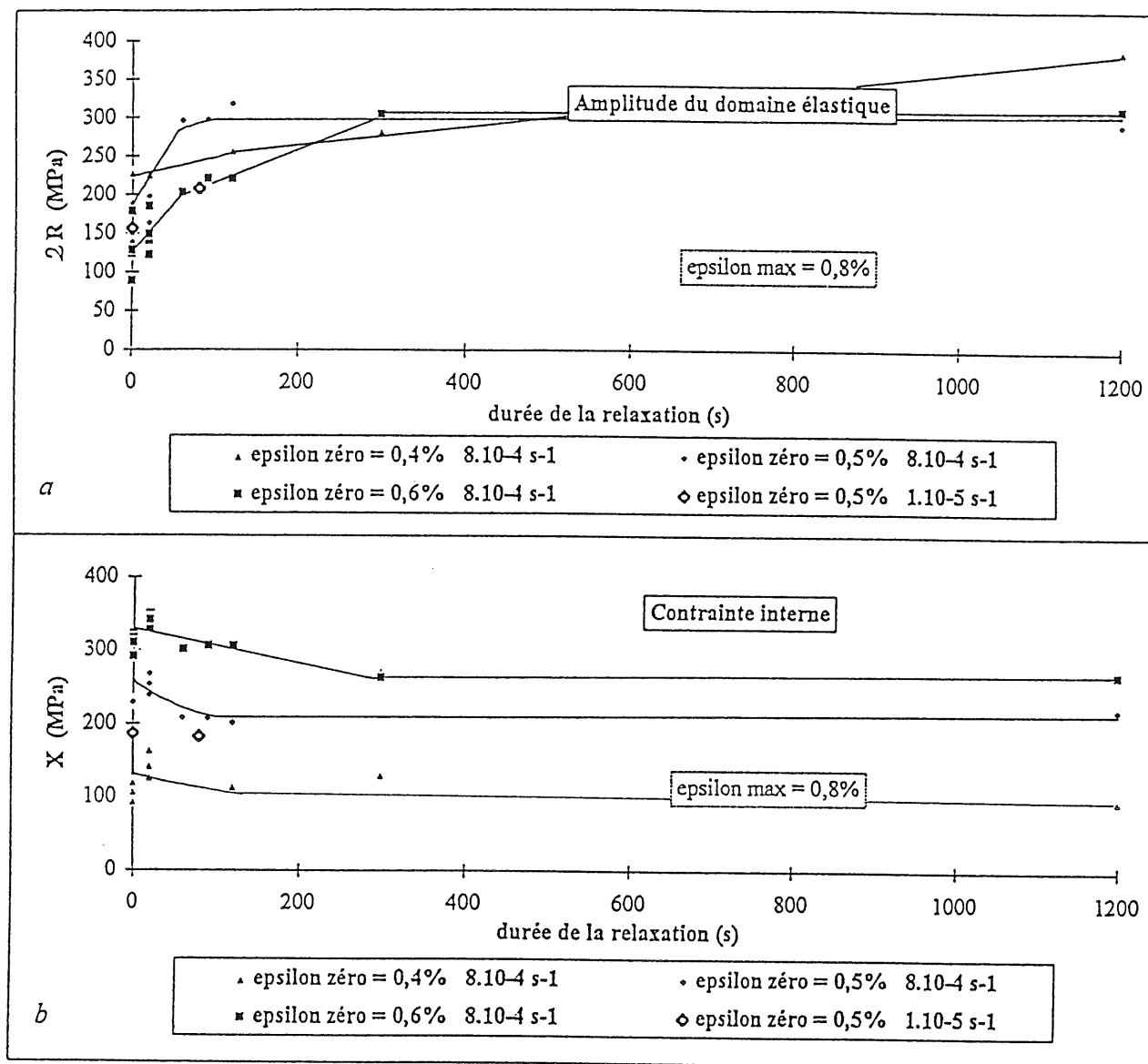


Figure B-a2-8 : Evolution de $(2R)$ (amplitude du domaine d'élasticité) et de X (contrainte interne) en fonction de Δt_R et ϵ_0

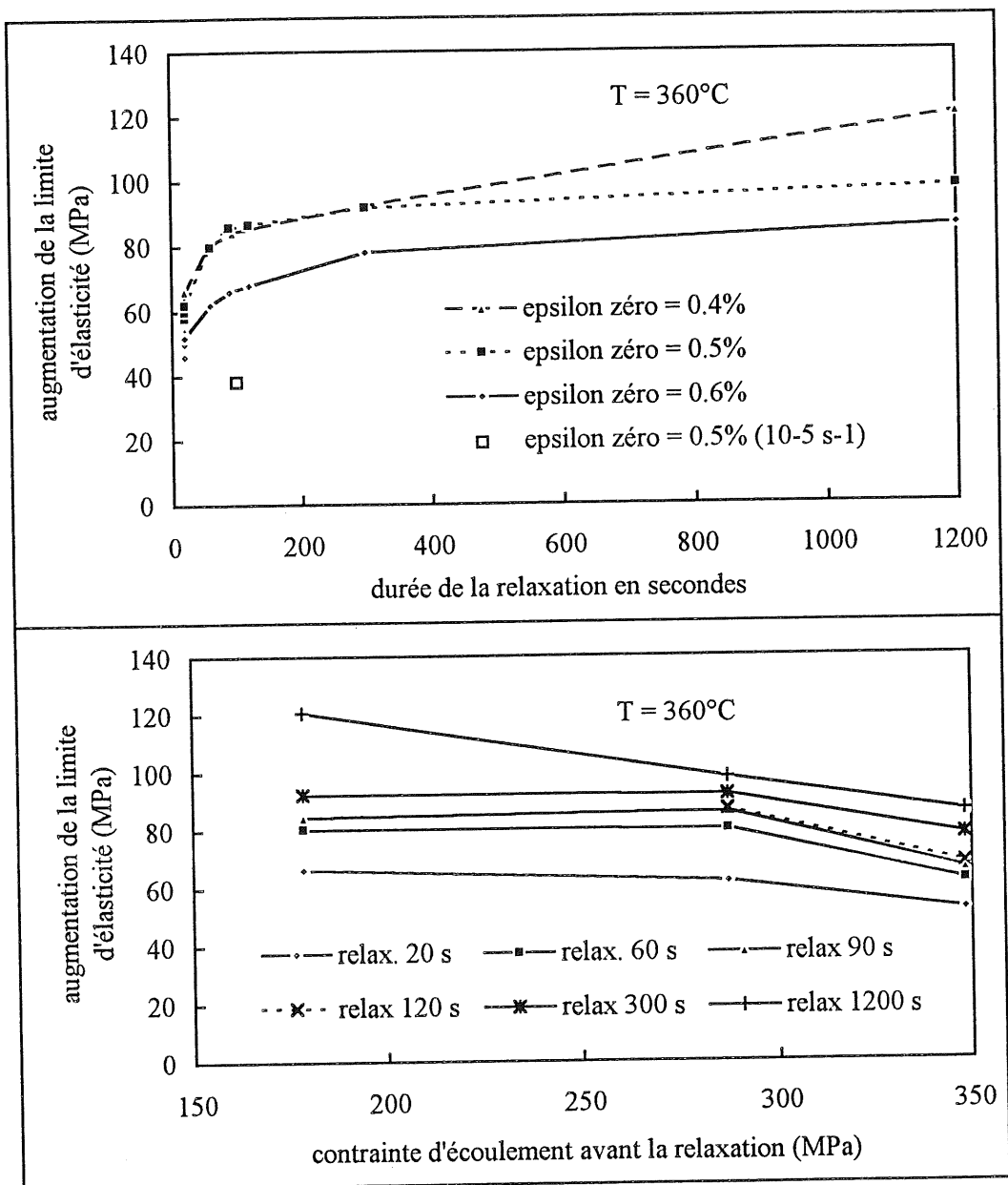


Figure B-a₂-9 : Augmentation de la limite d'écoulement avec Δt_R en fonction de ϵ_0

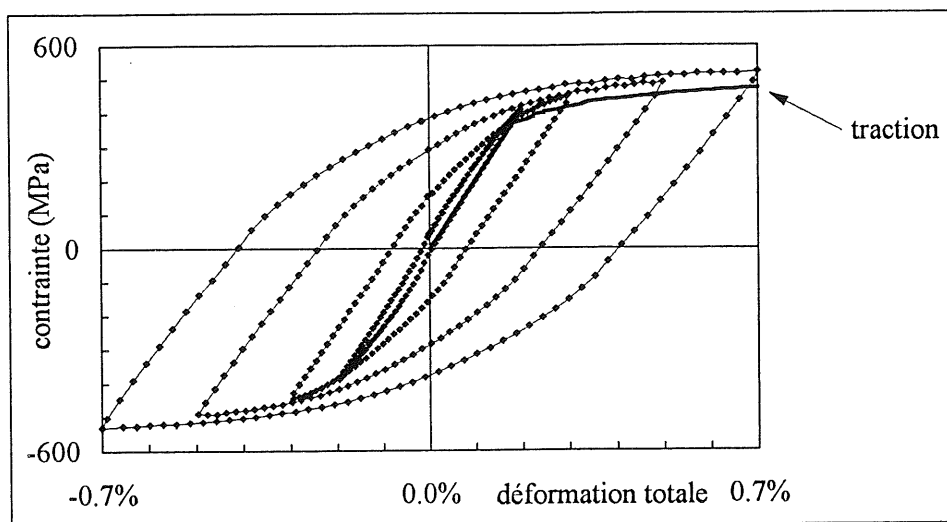


Figure B-a₃-1 : Cycles stabilisés et écrouissage cyclique de l'Alliage 600 à 300°C

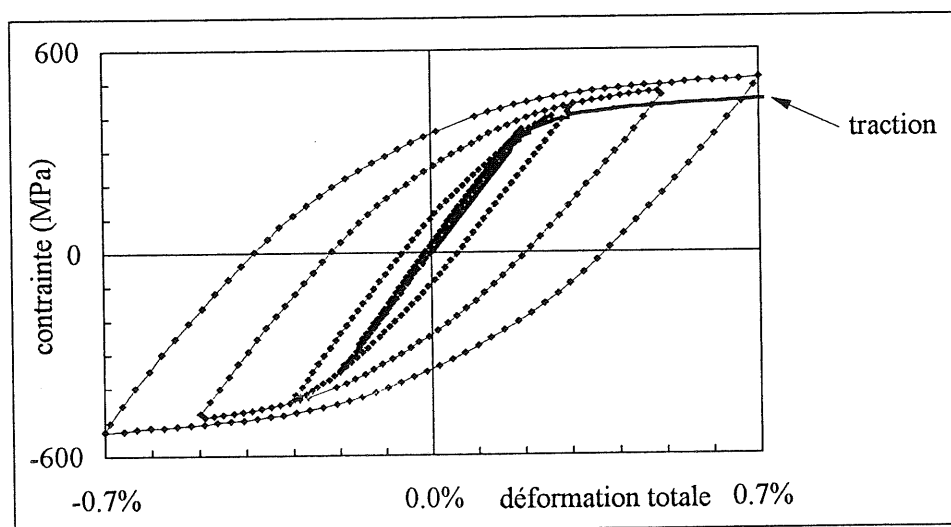


Figure B-a₃-2 : Cycles stabilisés et écrouissage cyclique de l'Alliage 600 à 340°C

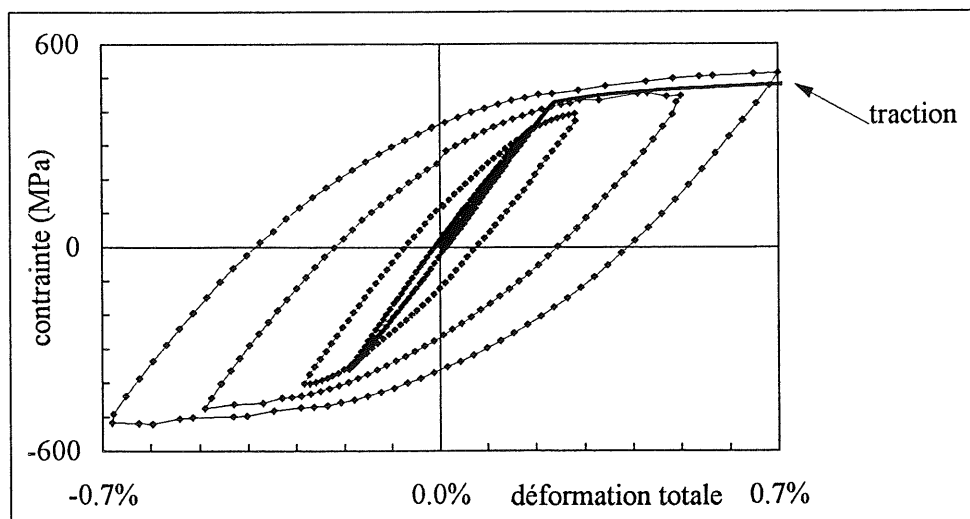


Figure B-a₃-3 : Cycles stabilisés et écrouissage cyclique de l'Alliage 600 à 400°C

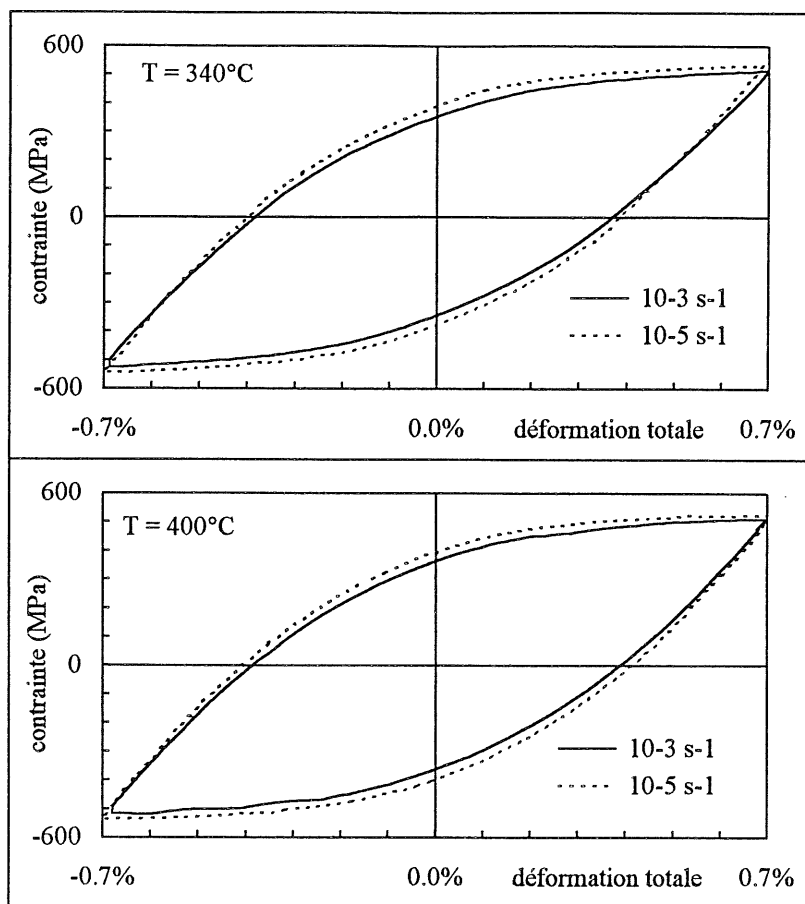


Figure B-a3-4 : Sensibilité de l'Alliage 600 à la vitesse de déformation imposée à 340 et 400°C

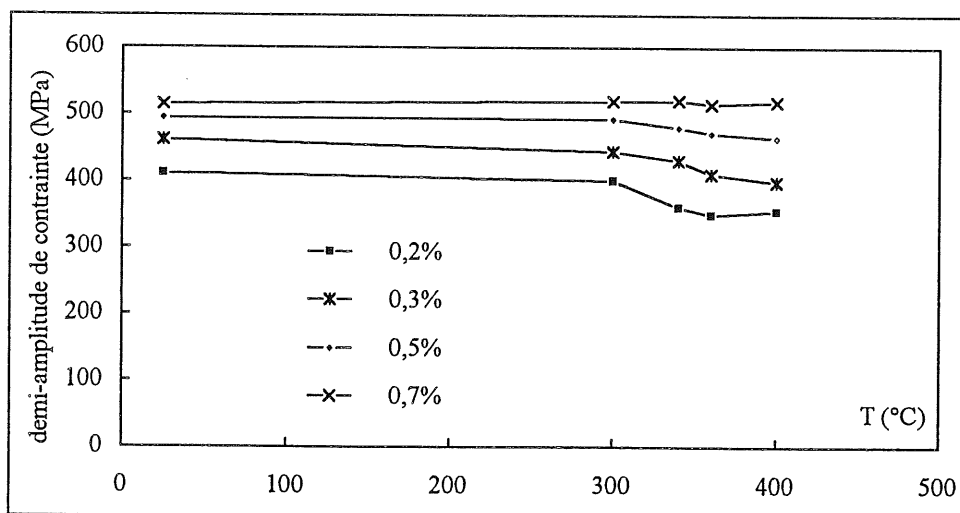


Figure B-a3-5 : Effet de la température sur les amplitudes de contrainte pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}

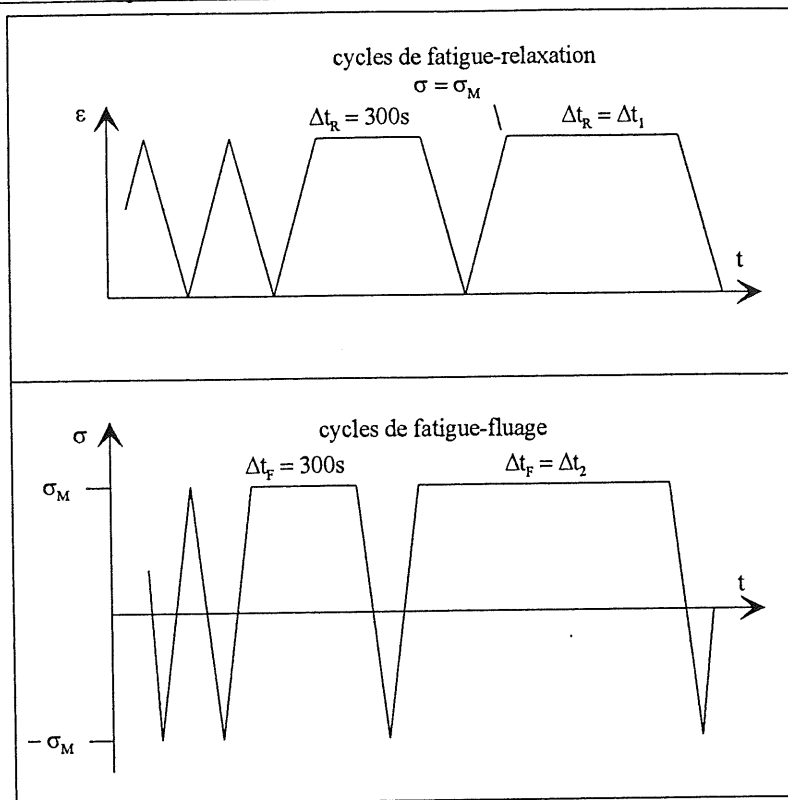


Figure B-a3-6 : Forme des cycles imposés en fatigue-fluage et en fatigue-relaxation à 300 et 360°C

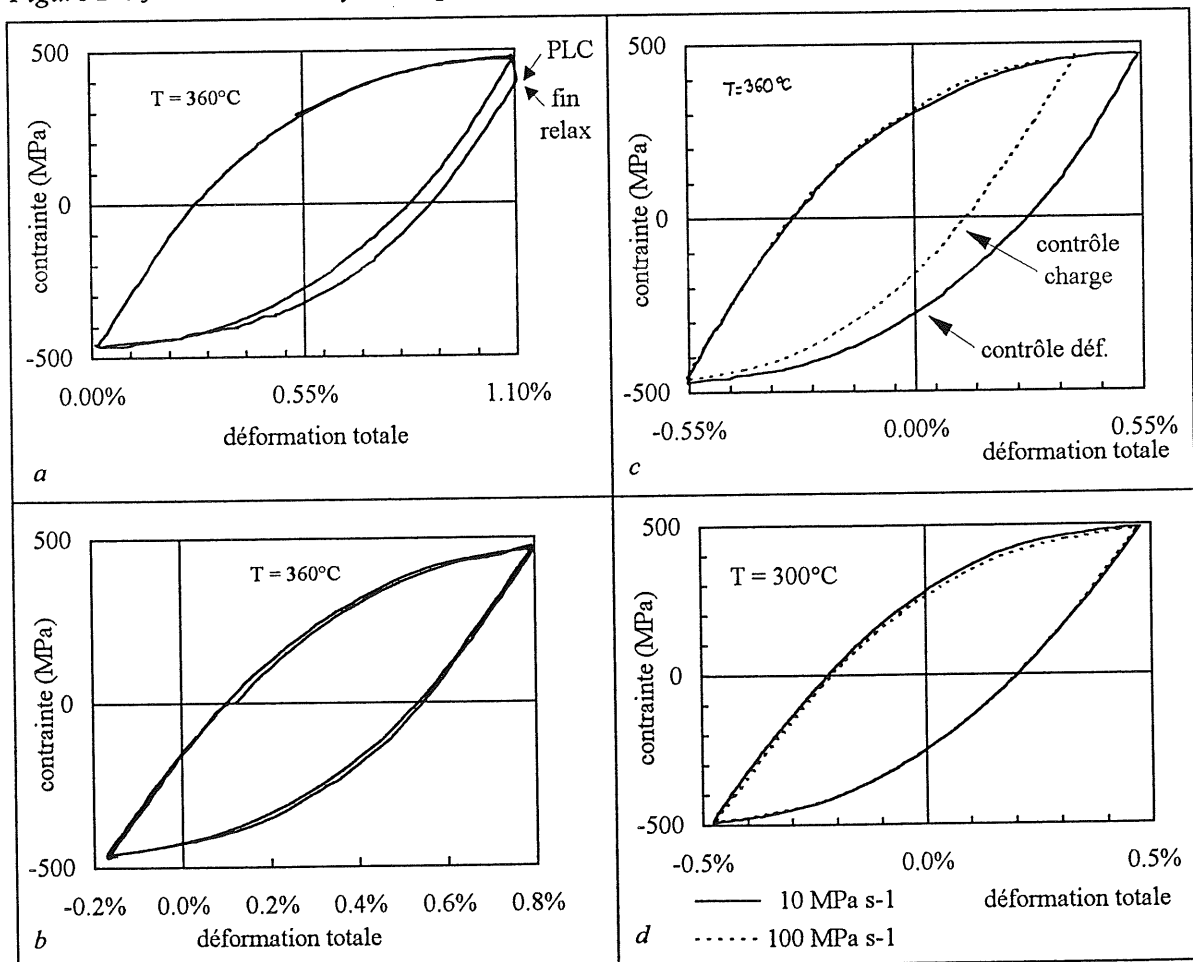


Figure B-a3-7 : Résultats obtenus en fatigue-fluage et en fatigue-relaxation sur l'Alliage 600

- a - cycles à déformation imposée avec et sans temps de maintien
- b - cycles à charge imposée avec et sans temps de maintien
- c - effet du paramètre de chargement sur la forme des cycles
- d - effet de la vitesse de chargement en fatigue-fluage

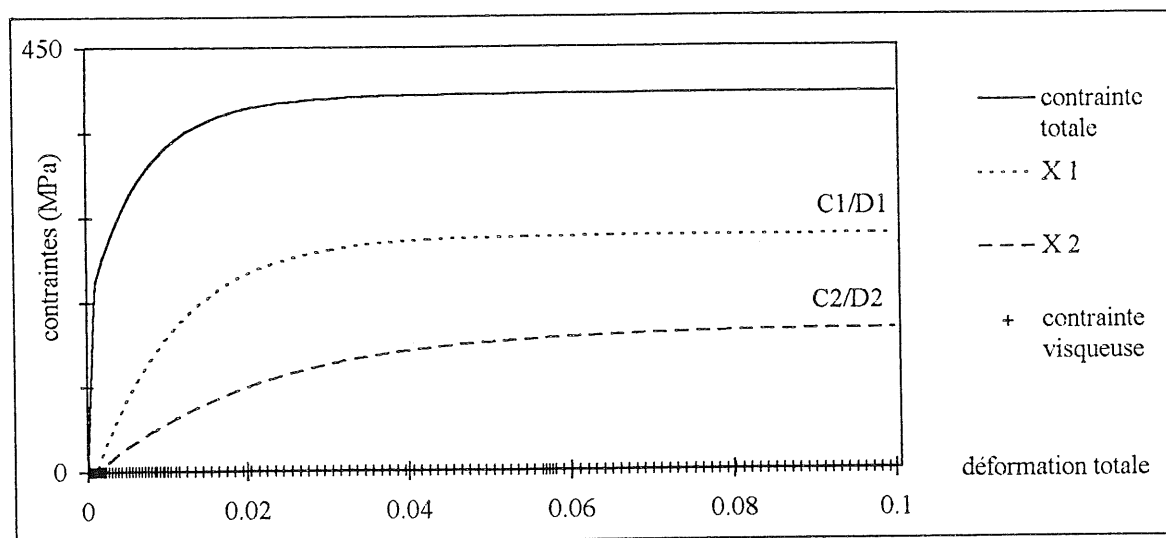


Figure B-a4-1 : Evolution des variables d'écrouissage cinématique au cours d'un essai de traction

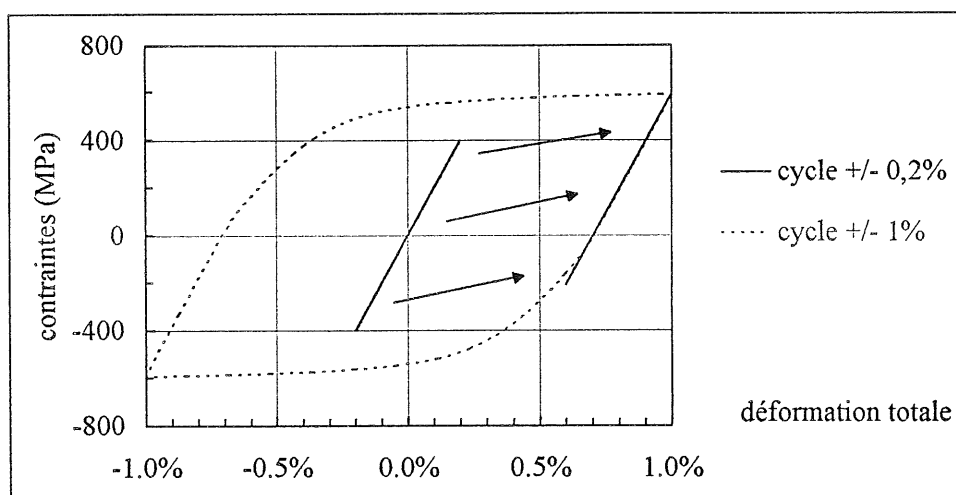


Figure B-a4-2 : Evolution des variables d'écrouissage cinématique au cours d'un essai de fatigue

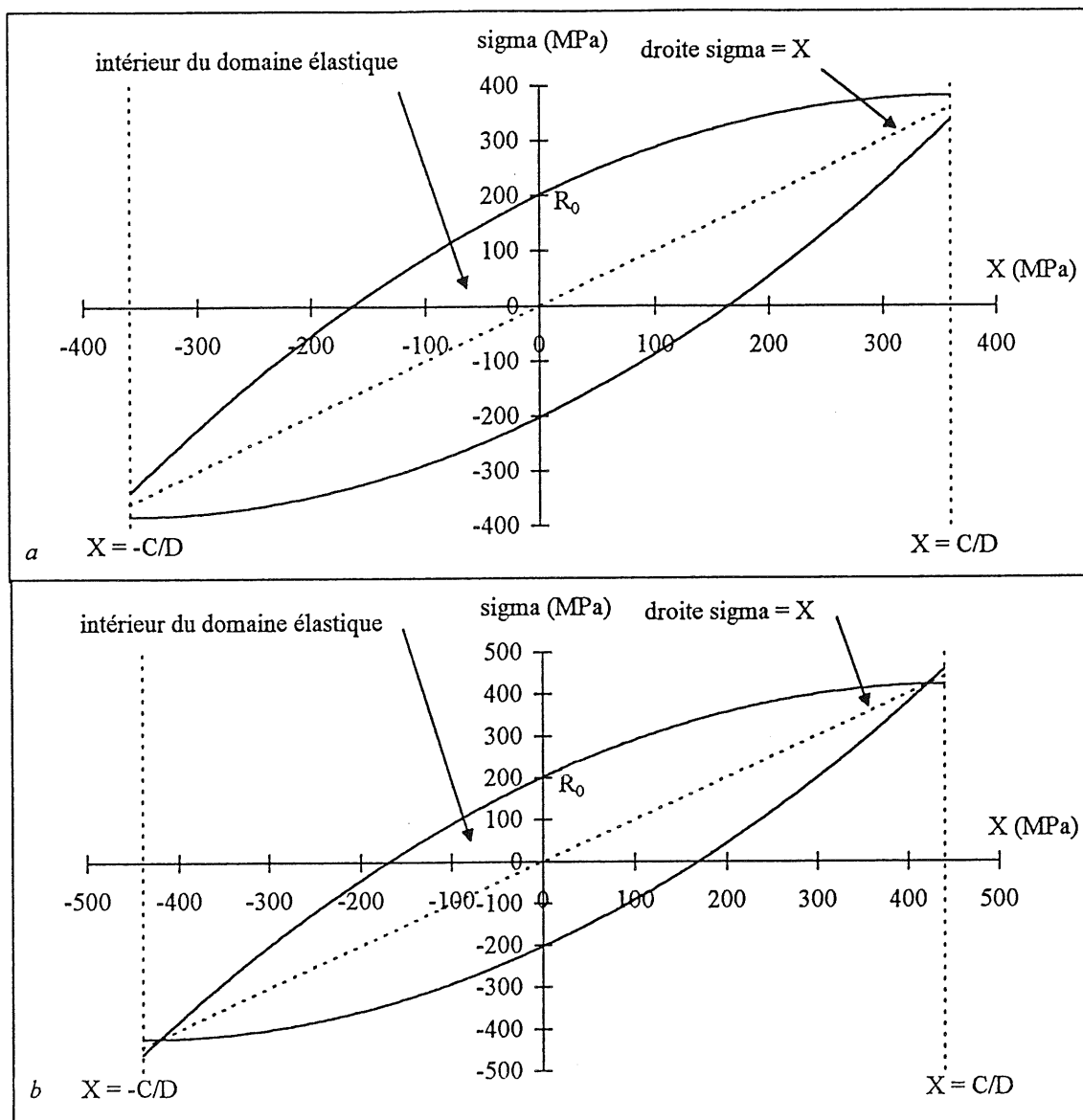


Figure B-a4-3 : Domaine d'élasticité dans l'espace σ - X dans le cas d'un modèle à une seule variable X
a - sans fermeture du critère b - avec fermeture du critère

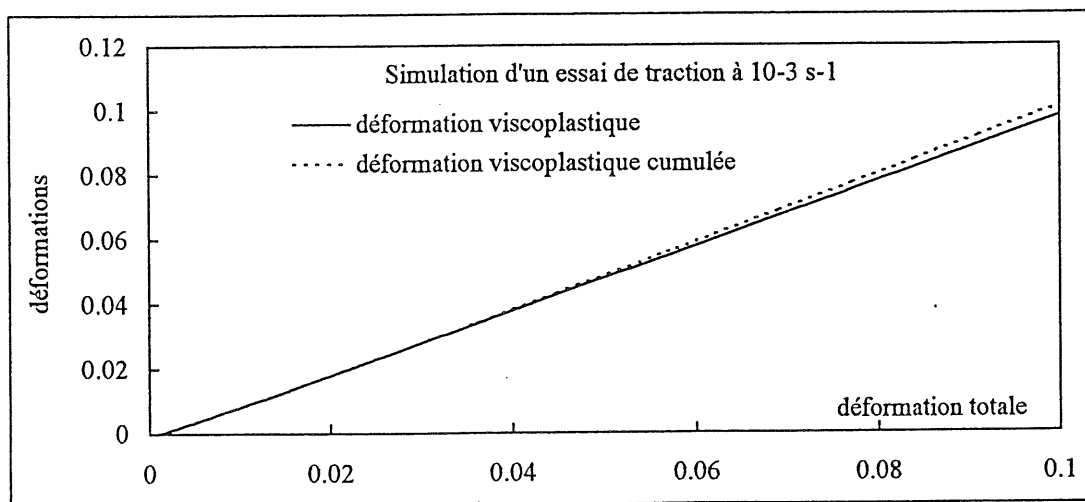


Figure B-a4-4 : Surestimation de la déformation viscoplastique cumulée en traction dans le cas d'un modèle avec fermeture du critère

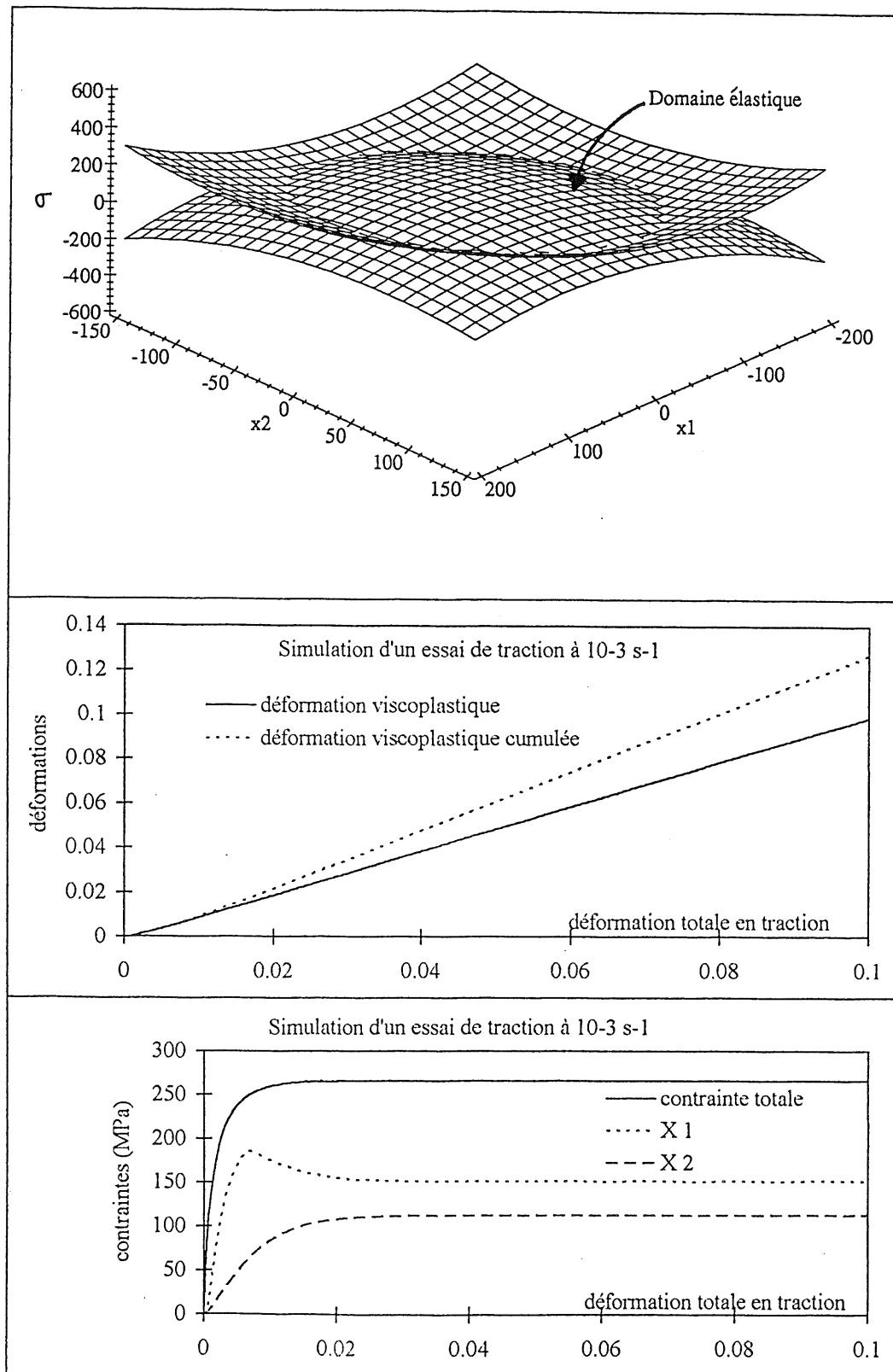


Figure B-a₄-5 : Evolution des différentes variables après la fermeture du critère dans le cas d'un modèle à deux variables X et $\sigma_v < R_0$

a - domaine d'élasticité dans l'espace σ - X_1 - X_2

b - surestimation de la déformation viscoplastique cumulée en traction

c - évolution des variables d'écrouissage cinématique

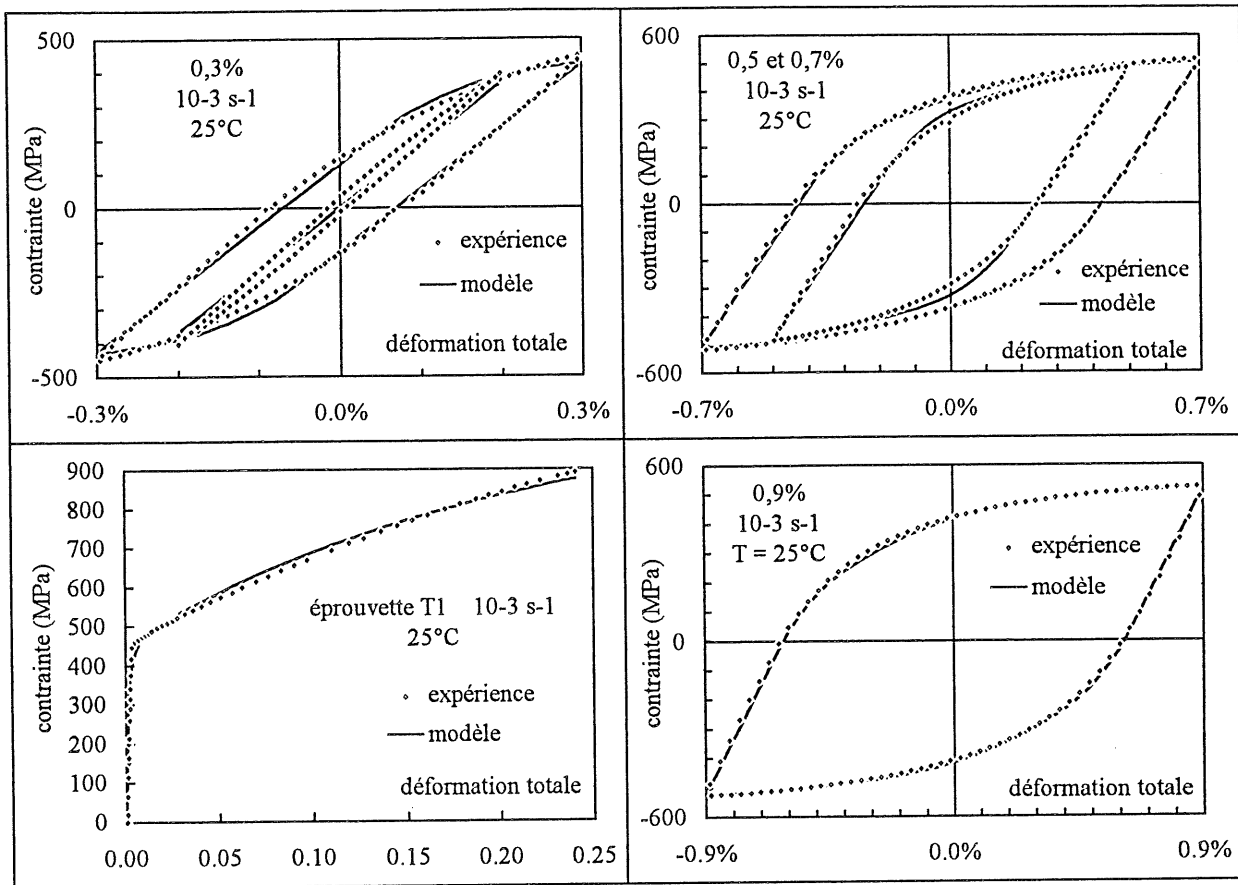


Figure B-a5-1 : Comparaison modèle-expérience à 25°C

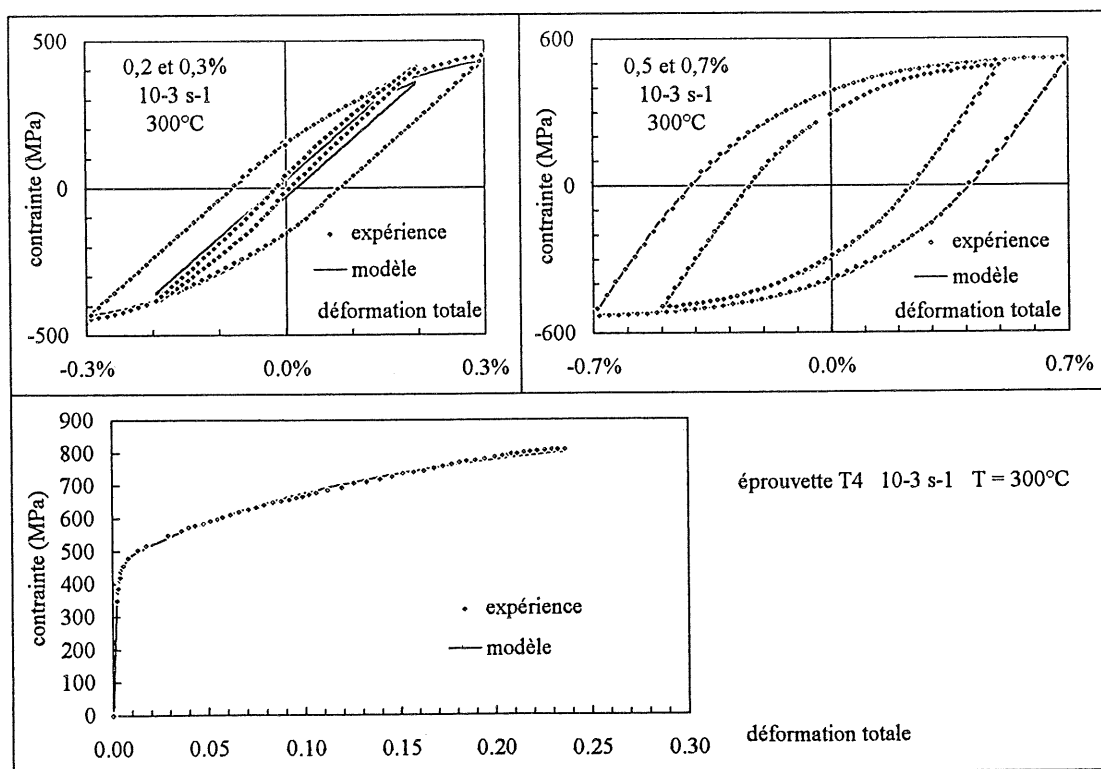


Figure B-a5-2 : Comparaison modèle-expérience à 300°C

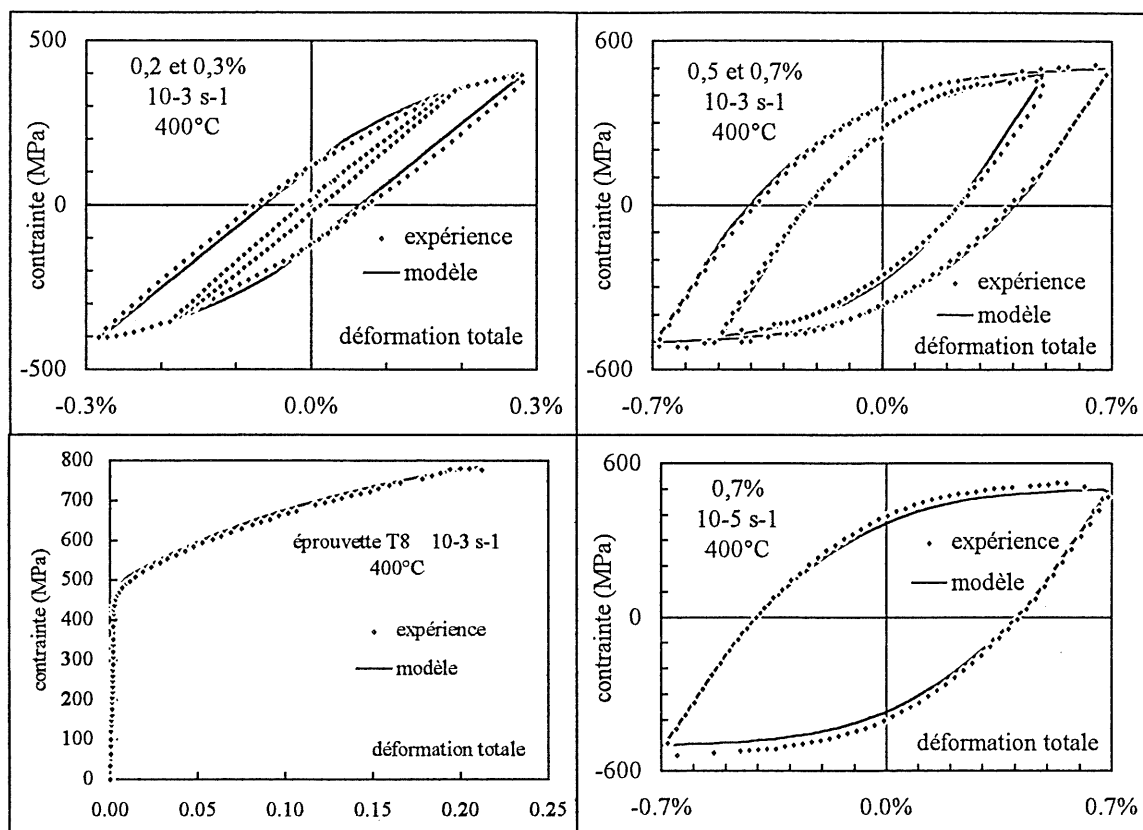


Figure B-a5-3 : Comparaison modèle-expérience à 400°C

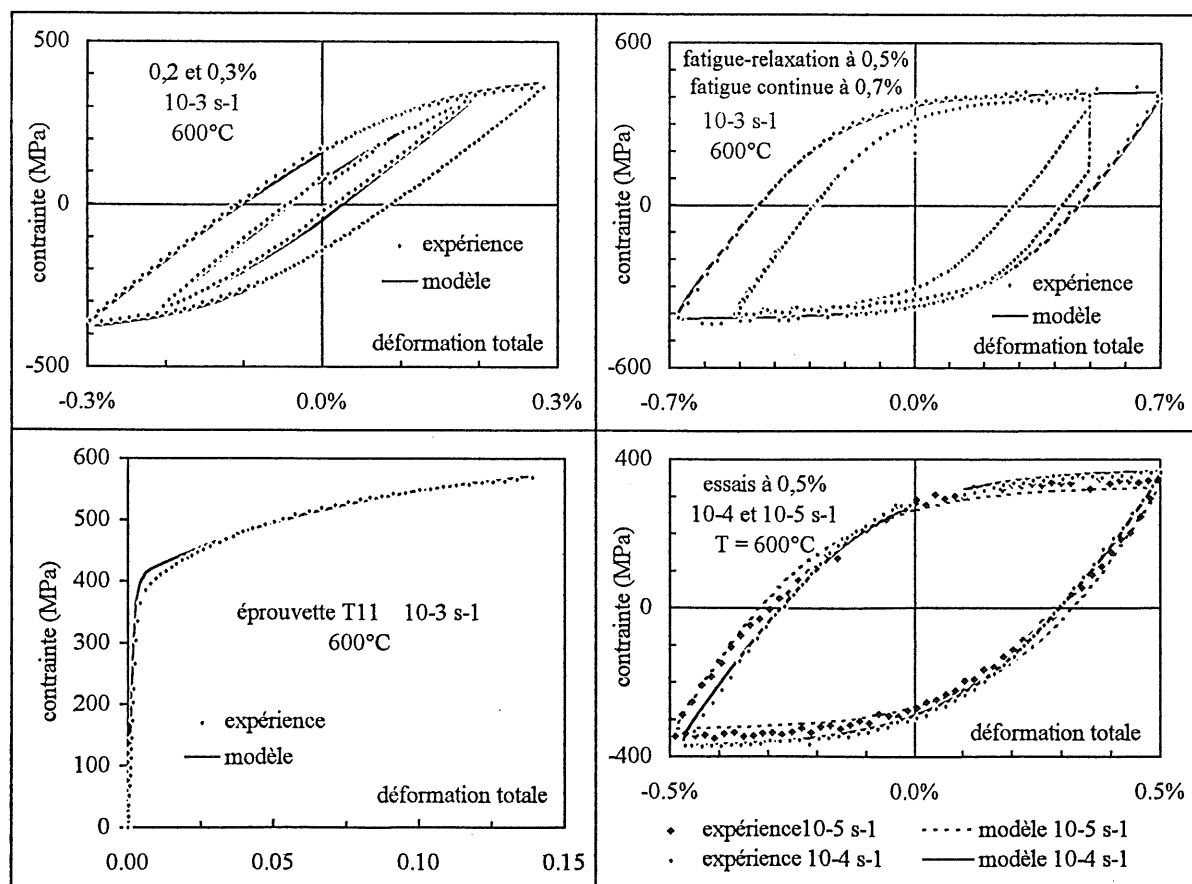


Figure B-a5-4 : Comparaison modèle-expérience à 600°C

PROPAGATION DE FISSURE ASSISTEE PAR L'OXYDATION A 550°C

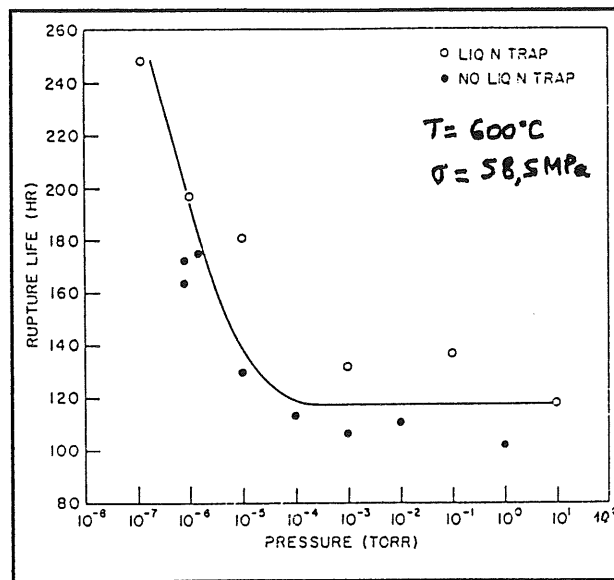


Figure C-1 : Mise en évidence d'une pression partielle d'oxygène de transition pour la durée de vie du nickel en fluage [Stegman 1969b]

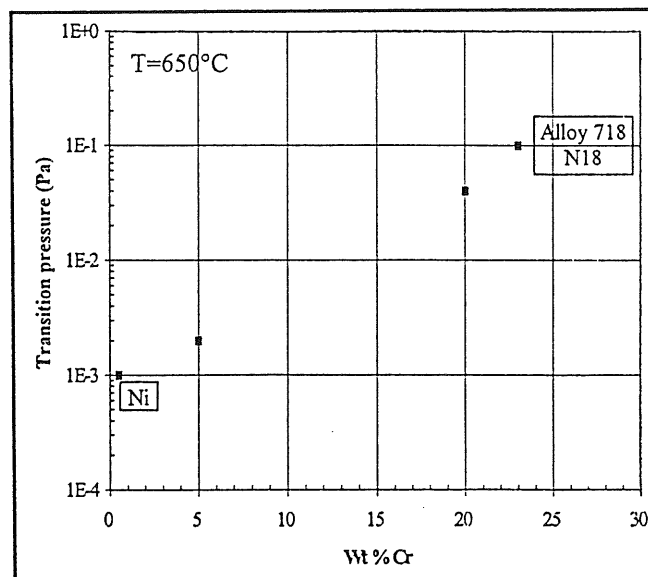


Figure C-2 : Evolution de la pression partielle de transition à 650°C avec le taux de chrome [Molins 1997]

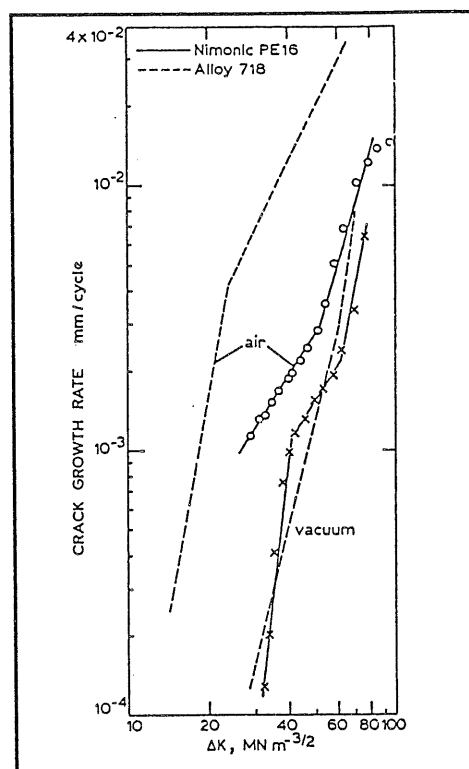


Figure C-3 : Effet d'environnement sur la propagation de fissure dans l'Alliage 718 [Sadananda 1982]

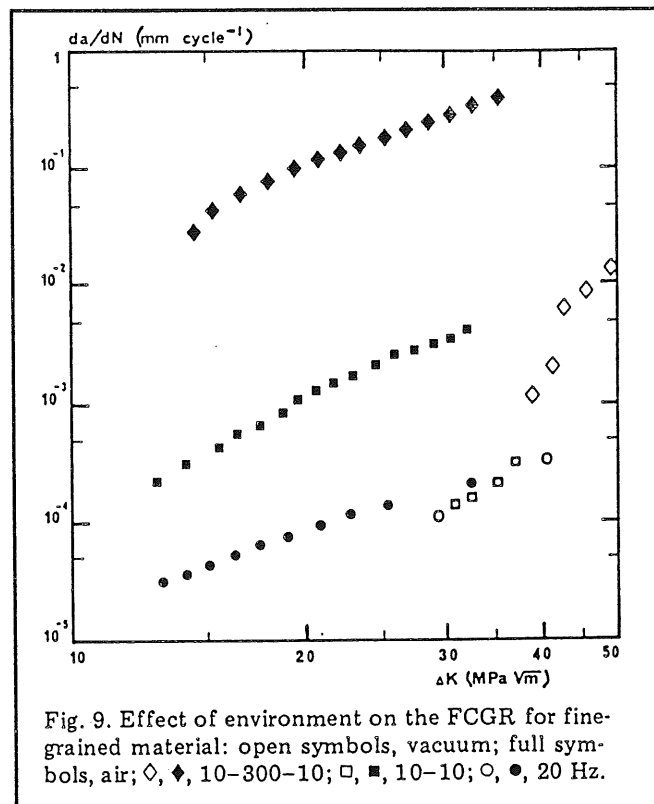


Figure C-4 : Effet du temps de maintien à charge maximale en fonction de l'environnement pour l'Alliage 718 [Pédrón 1982]

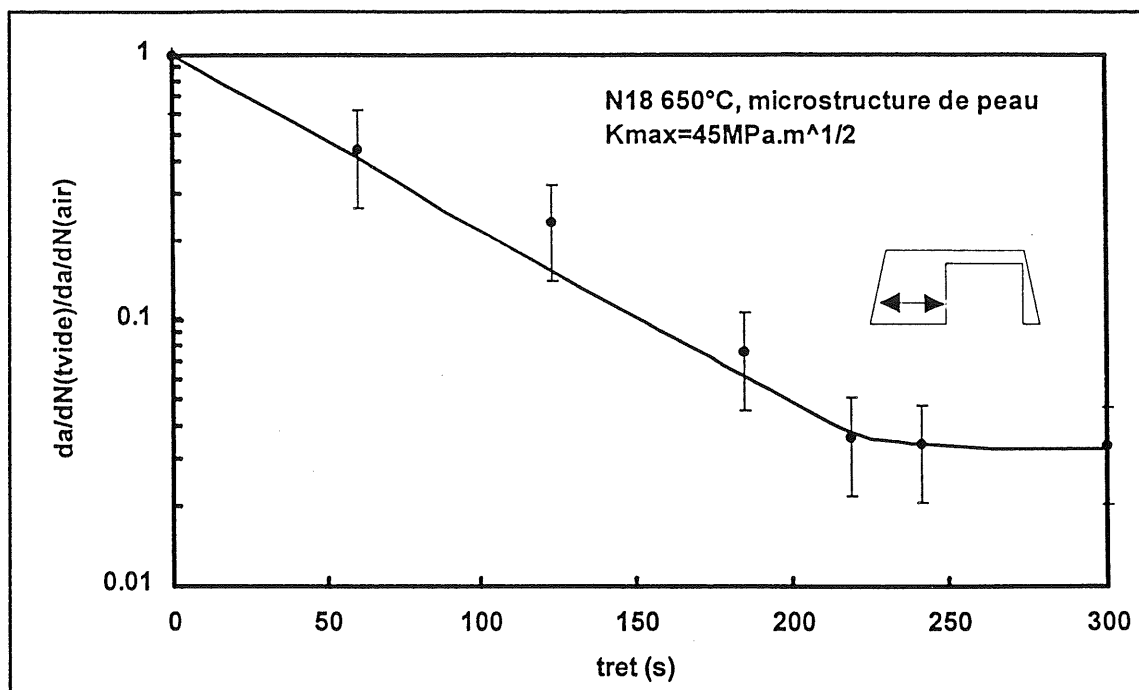


Figure C-5 : Effet d'un « retard à l'introduction de l'air » sur la propagation de fissure en fatigue-fluage dans l'Alliage N18 [Chassaigne 1997]

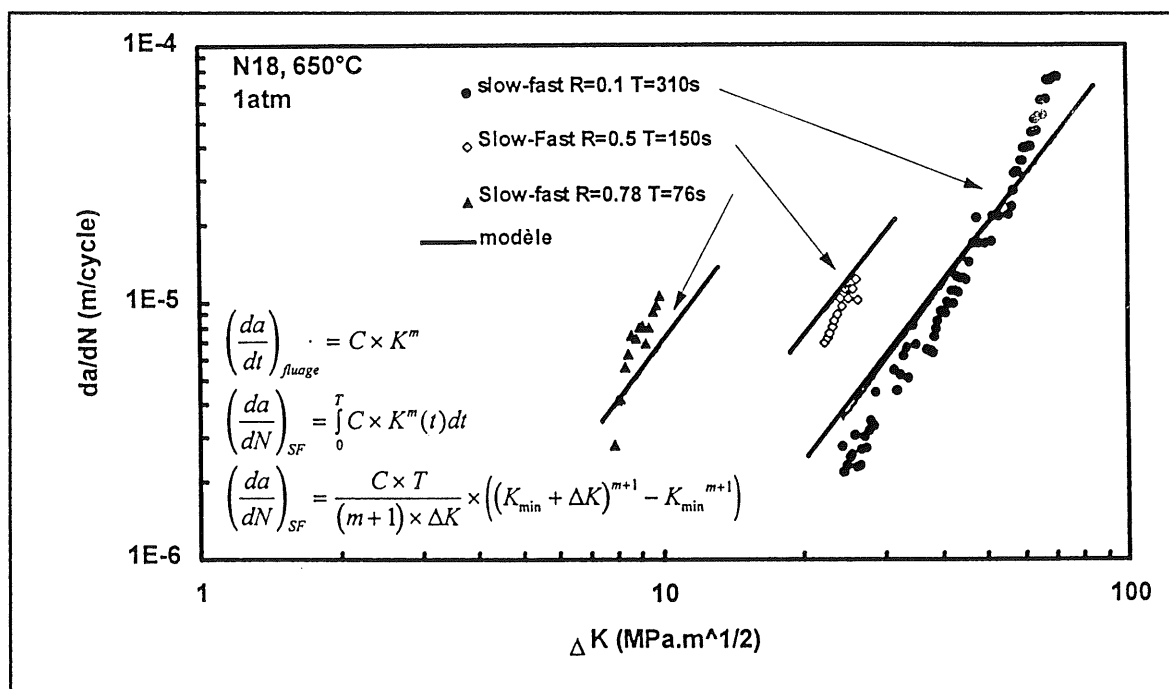


Figure C-6 : Prédiction des vitesses de fissuration en « slow-fast » à partir des données de propagation de fissure en fluage dans l'Alliage N18 [Chassaigne 1997]

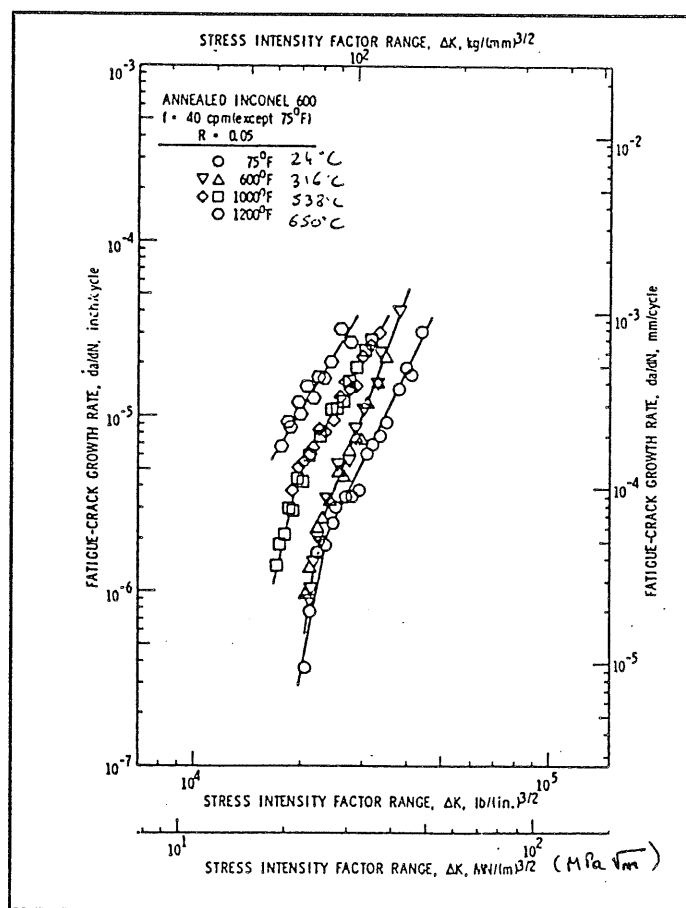


Figure C-7 : Vitesse de propagation de fissure dans l'Alliage 600 sollicité en fatigue [James 1973]

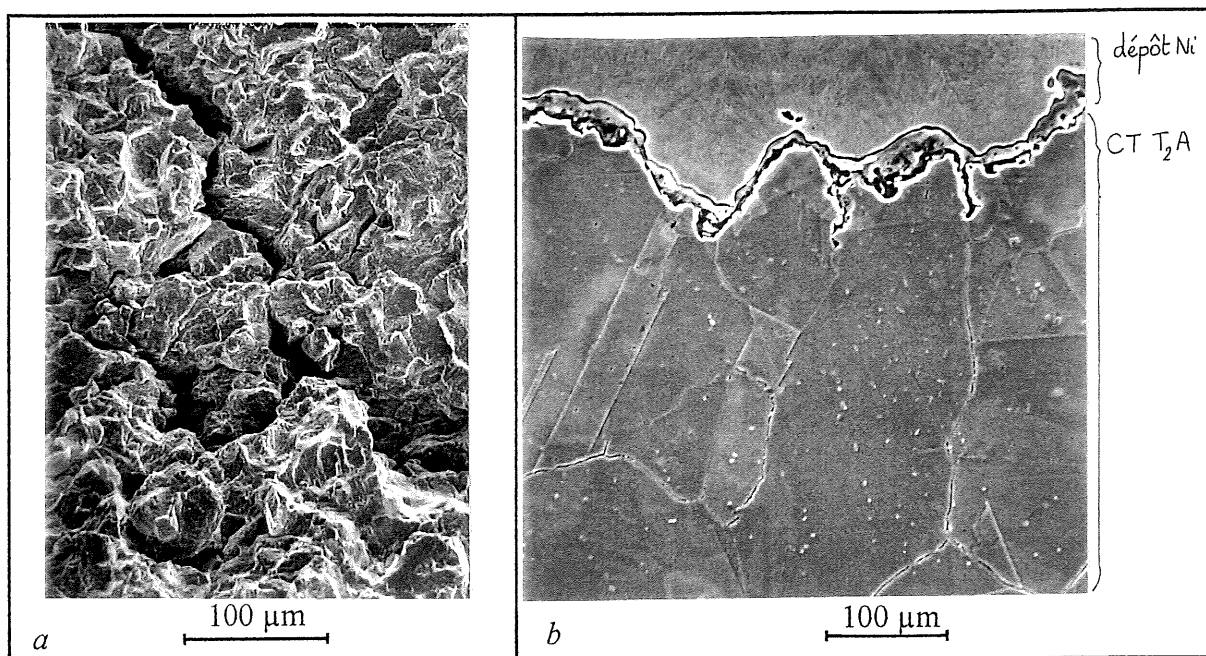


Figure C-8 : Fissuration intergranulaire de l'Alliage 600 en fatigue-fluage à 550°C sous air (CT T₂A)
 a - faciès de rupture b - vue en coupe polie et attaquée au réactif de Kalling (MEB)

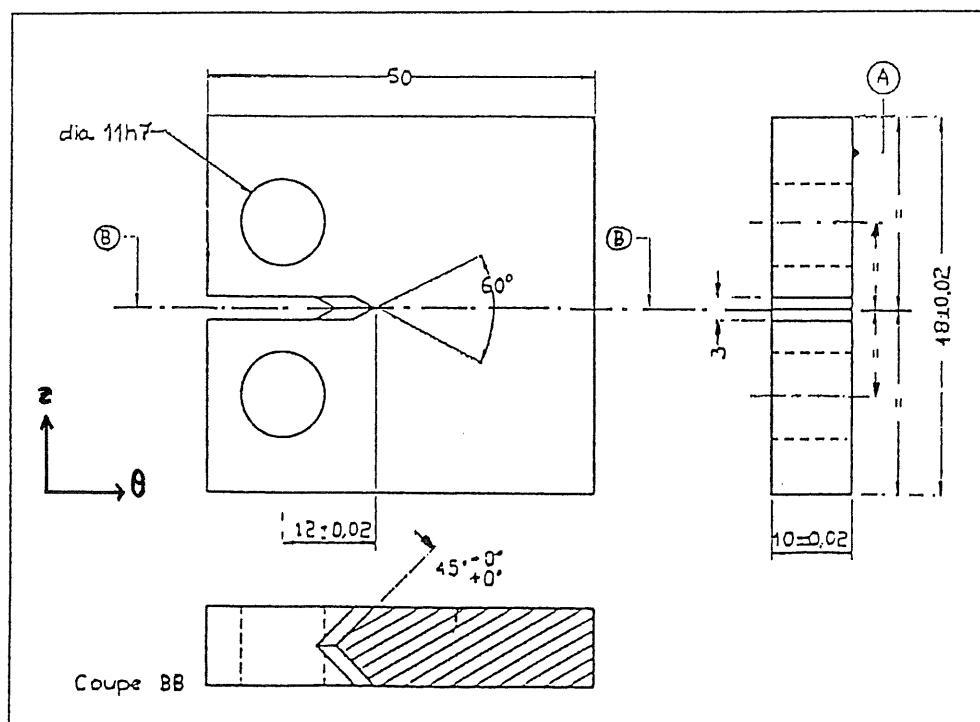


Figure C-9 : Géométrie des éprouvettes CT20-10

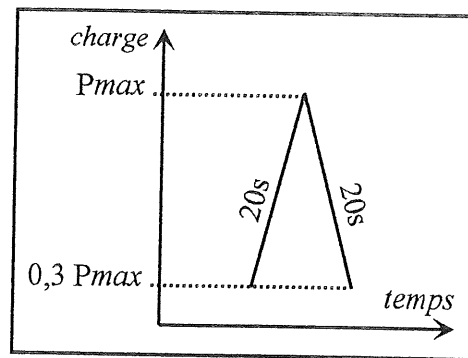


Figure C-10 : Cycles de fatigue continue 20-20

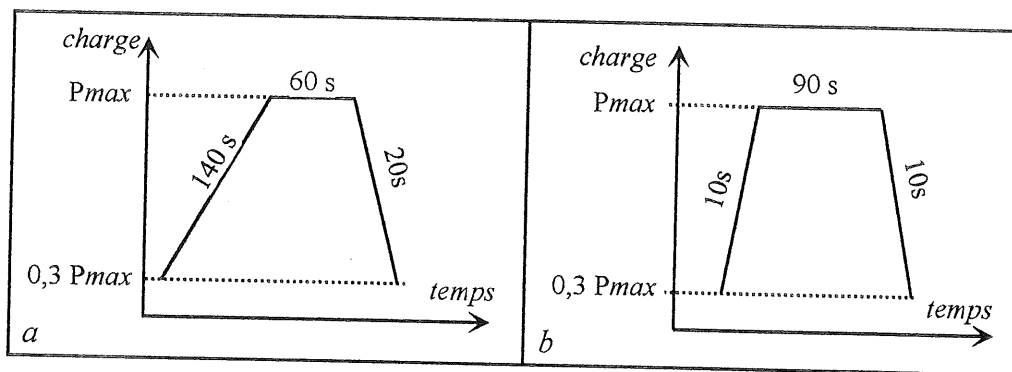


Figure C-11 : Cycles de fatigue-fluage 10-90-10 et 140-60-20

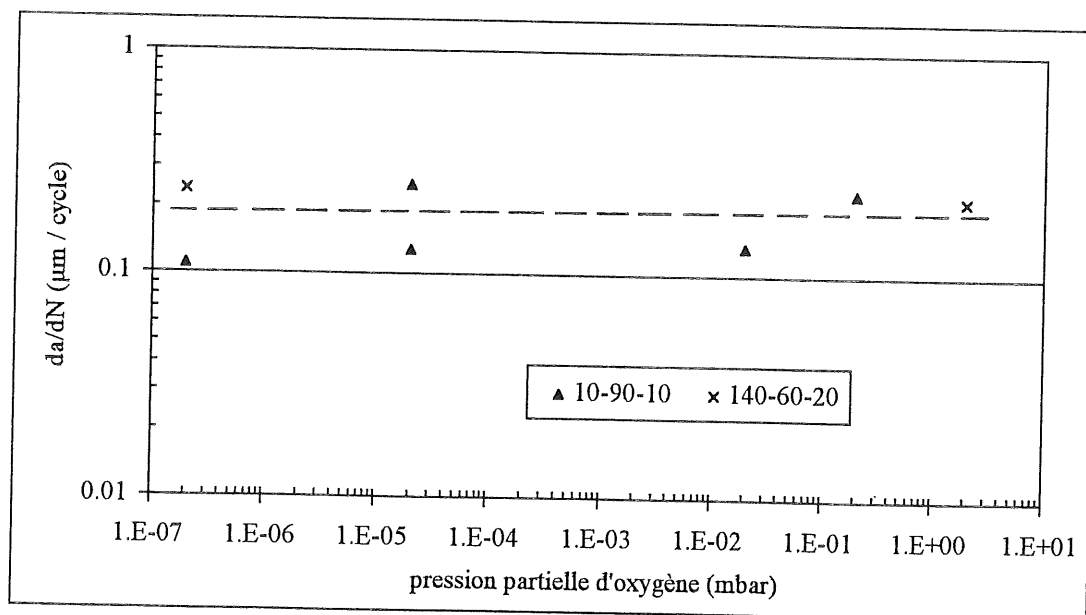


Figure C-12 : Vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage

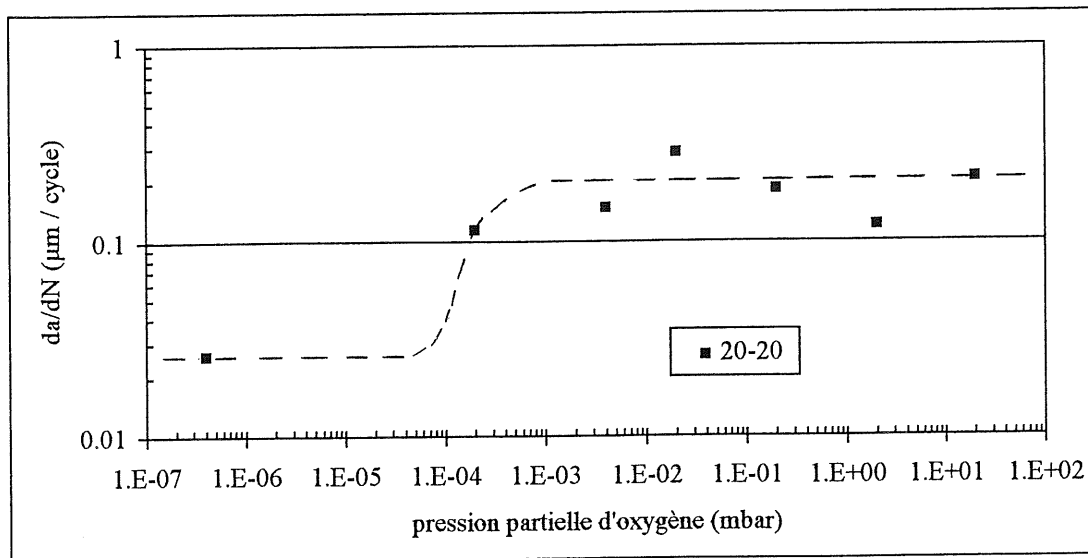


Figure C-13 : Vitesse de propagation de fissure en fatigue continue

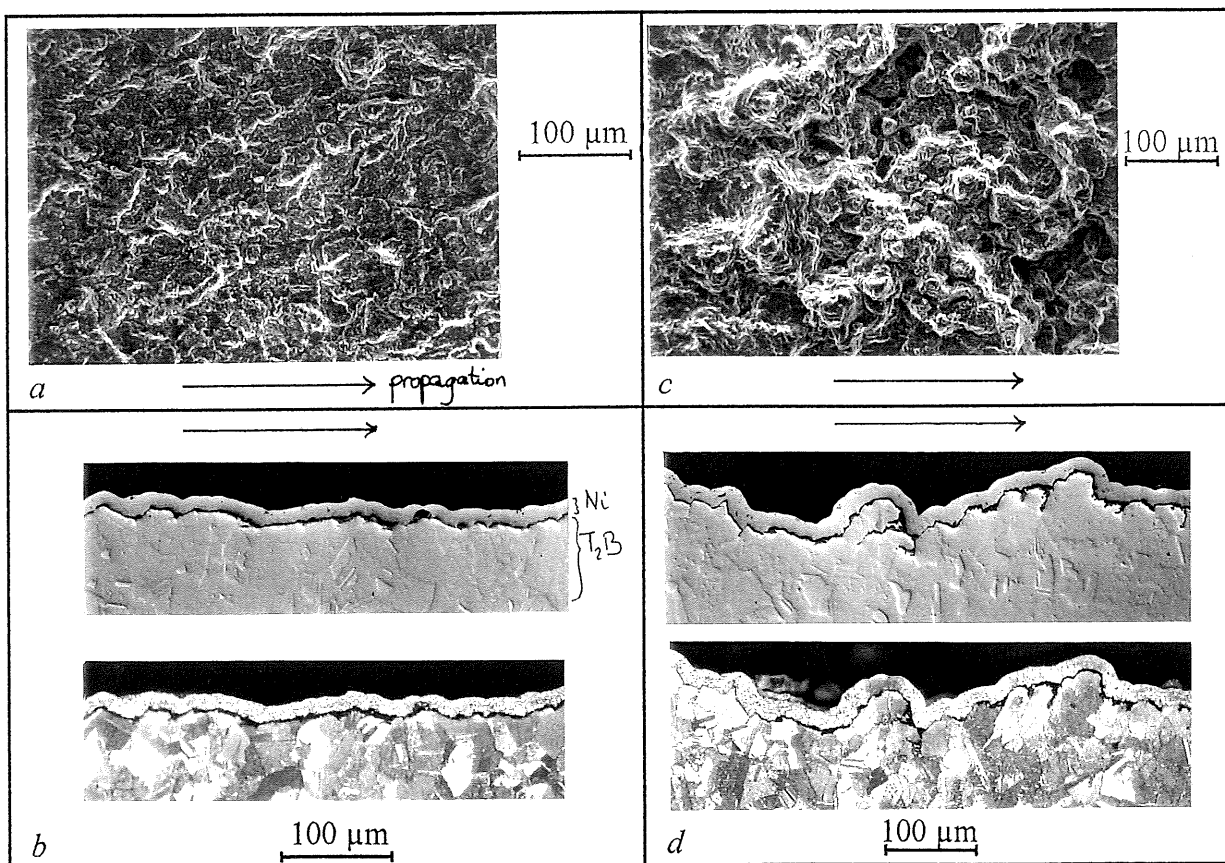


Figure C-14 : Modes de rupture observés en fatigue continue et en fatigue-fluage
 a et b - rupture transgranulaire
 c et d - rupture intergranulaire
 coupes polies (OPS) : avant et après attaque au réactif de Kalling (optique)

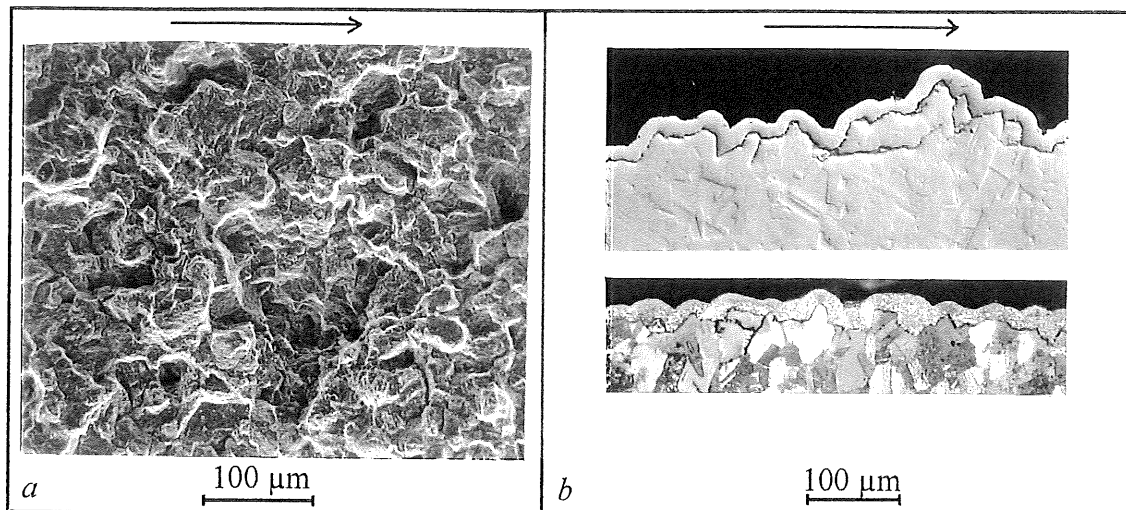


Figure C-15 : Rupture intergranulaire sous vide - Cycles 140-60-20
a - faciès de rupture
b - coupe polie et/ou attaquée au réactif de Kalling (optique) : deux zones différentes

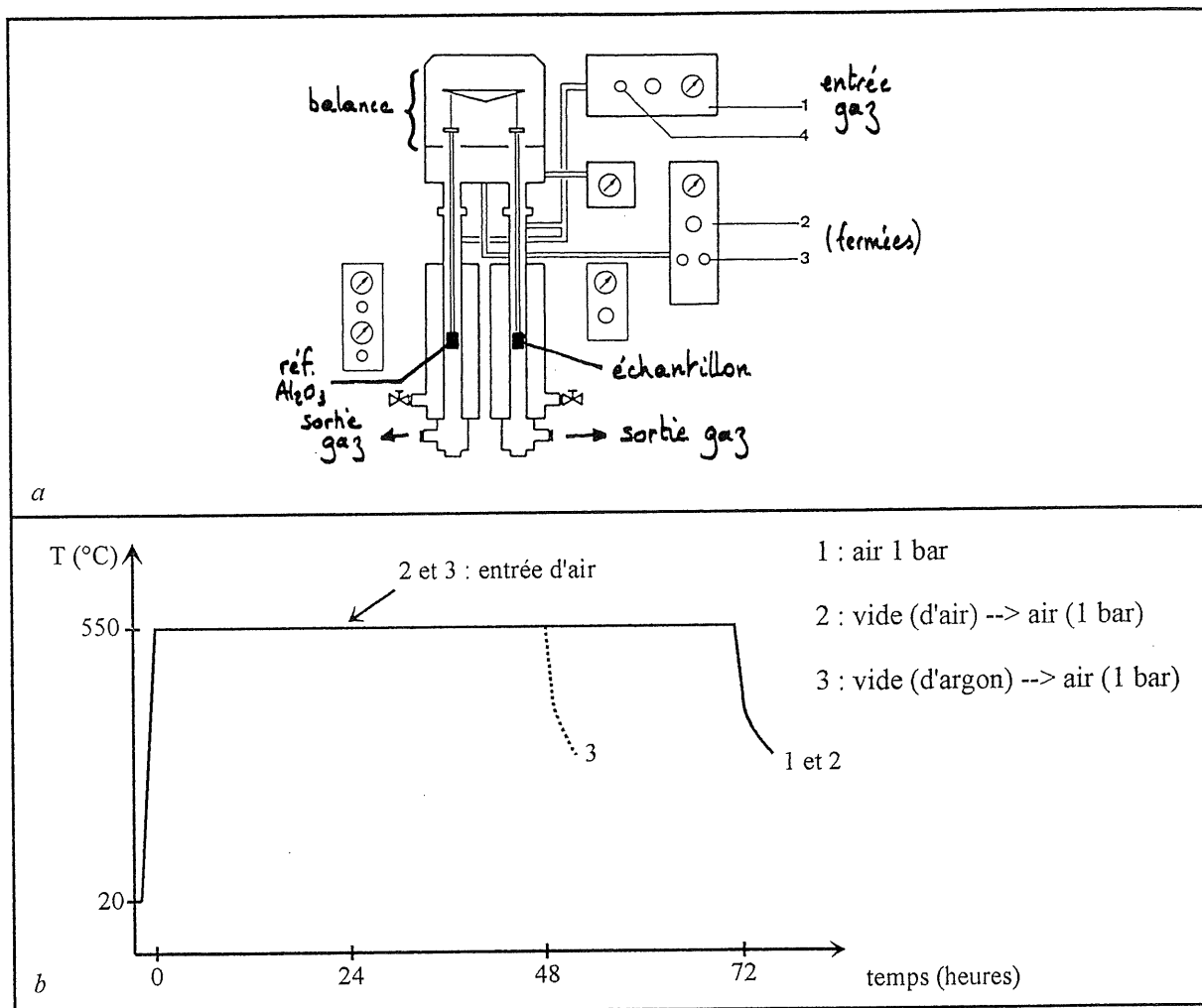


Figure C-16 : Essais de thermogravimétrie
a - configuration de la thermobalance b - cycles thermiques utilisés

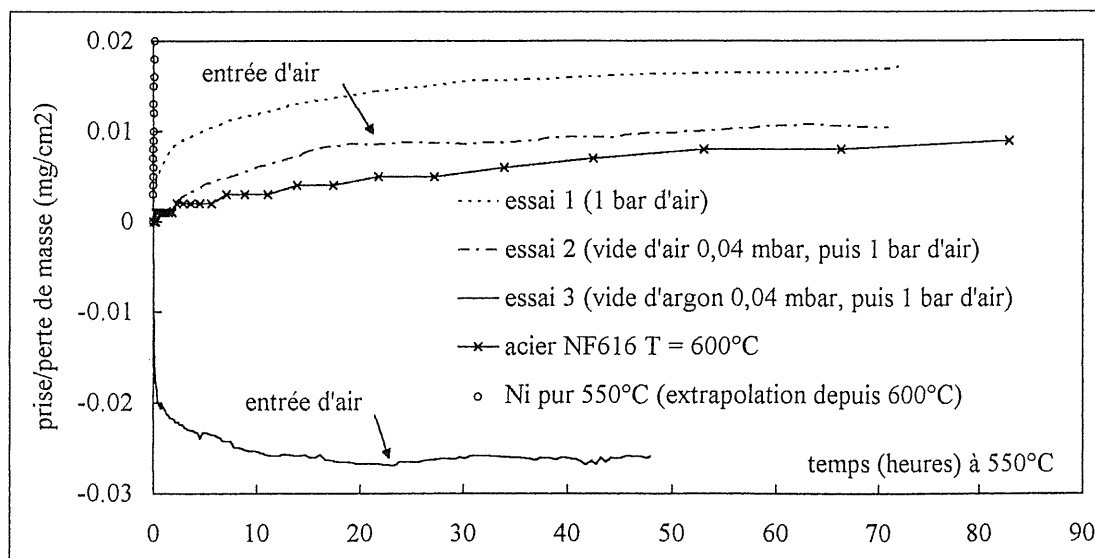


Figure C-17 : Courbes de prise de masse au cours du temps

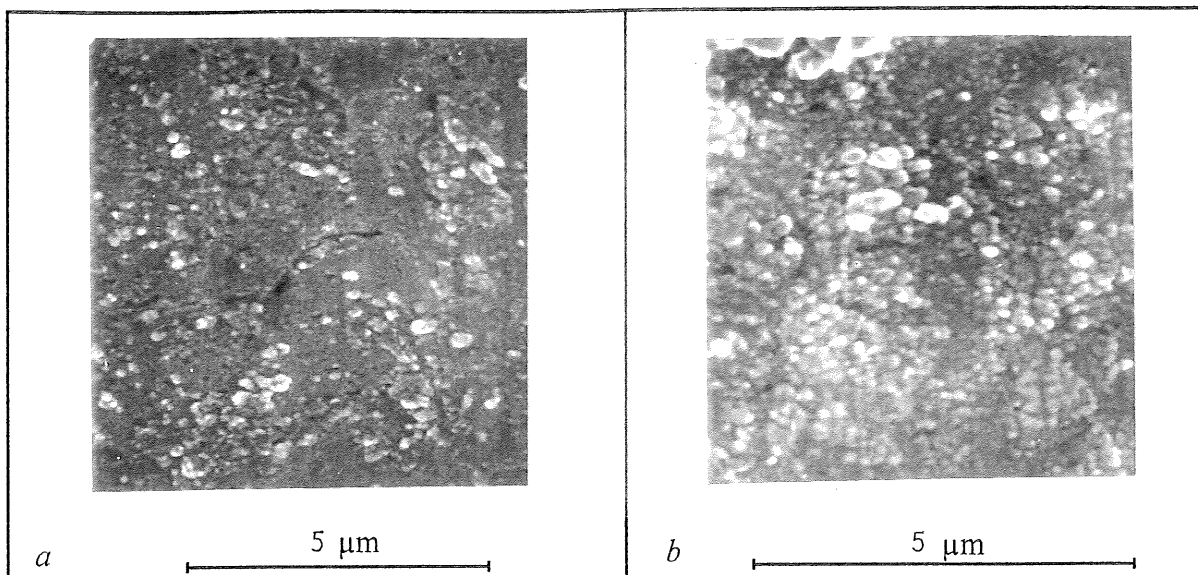


Figure C-18 : Observation des couches d'oxydes au MEB
 a - Oxydation sous vide d'argon, puis sous air b - oxydation sous air

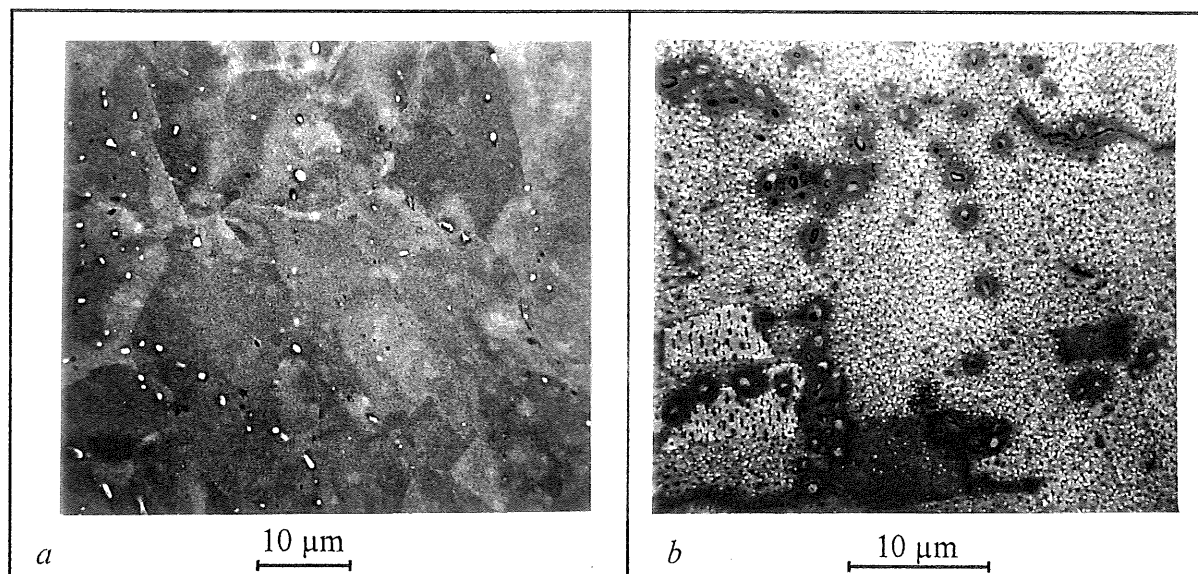


Figure C-19 : Oxydation de lames minces en Alliage 600 - Observation au MEB
 a - $P_{O_2} = 2,6 \cdot 10^{-5}$ mbar b - $P_{O_2} = 2,6 \cdot 10^{-2}$ mbar

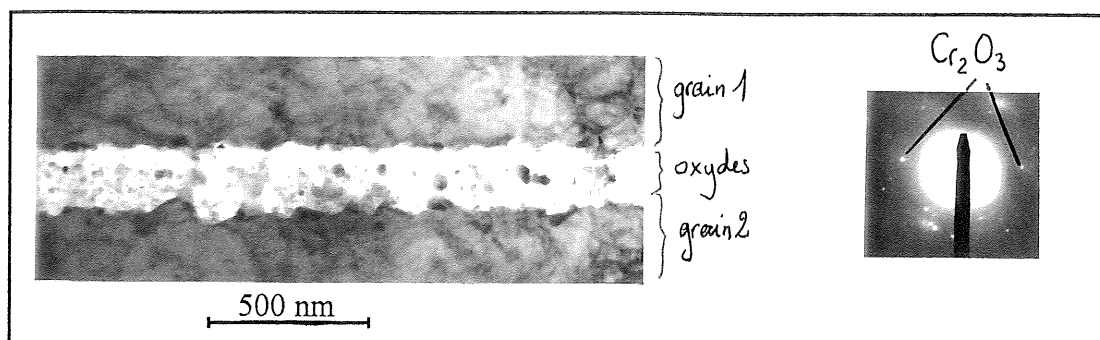


Figure C-20 : Oxydation de lames minces en Alliage 600 - Observation au MET (champ clair)
 $P_{O_2} = 2,6 \cdot 10^{-5}$ mbar

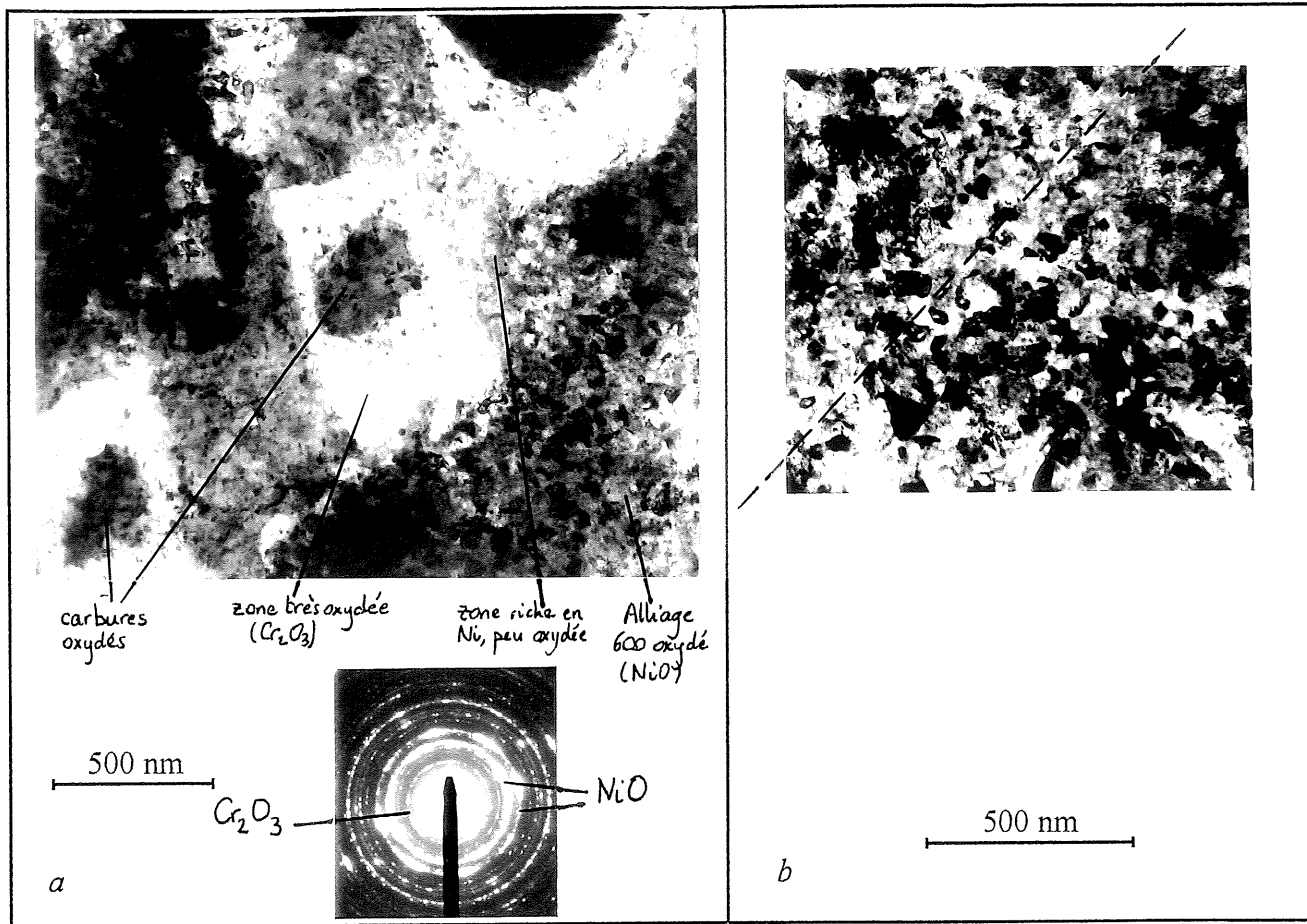


Figure C-21 : Oxydation de lames minces en Alliage 600 - Observation au MET (champ clair)

$P_{O_2} = 2,6 \cdot 10^{-2}$ mbar

a - oxydation autour d'un carbure de chrome b - oxydation près d'un joint de grains

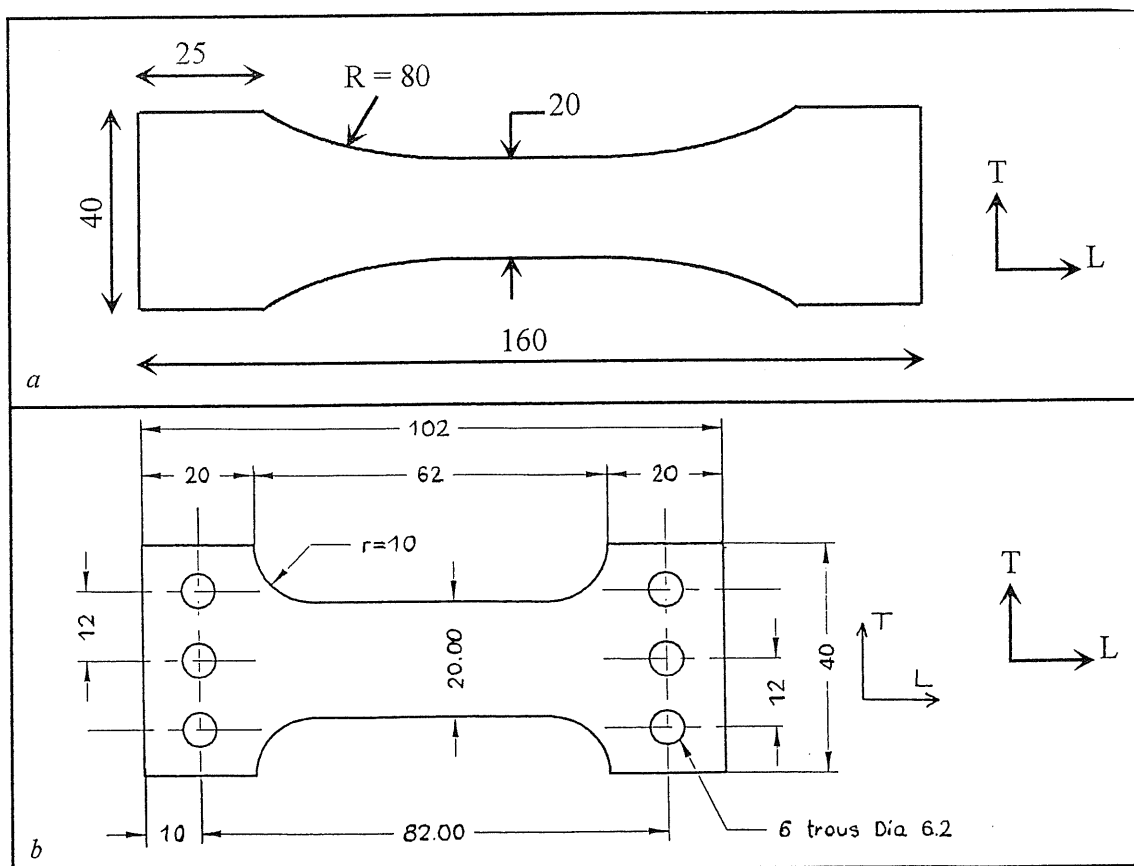
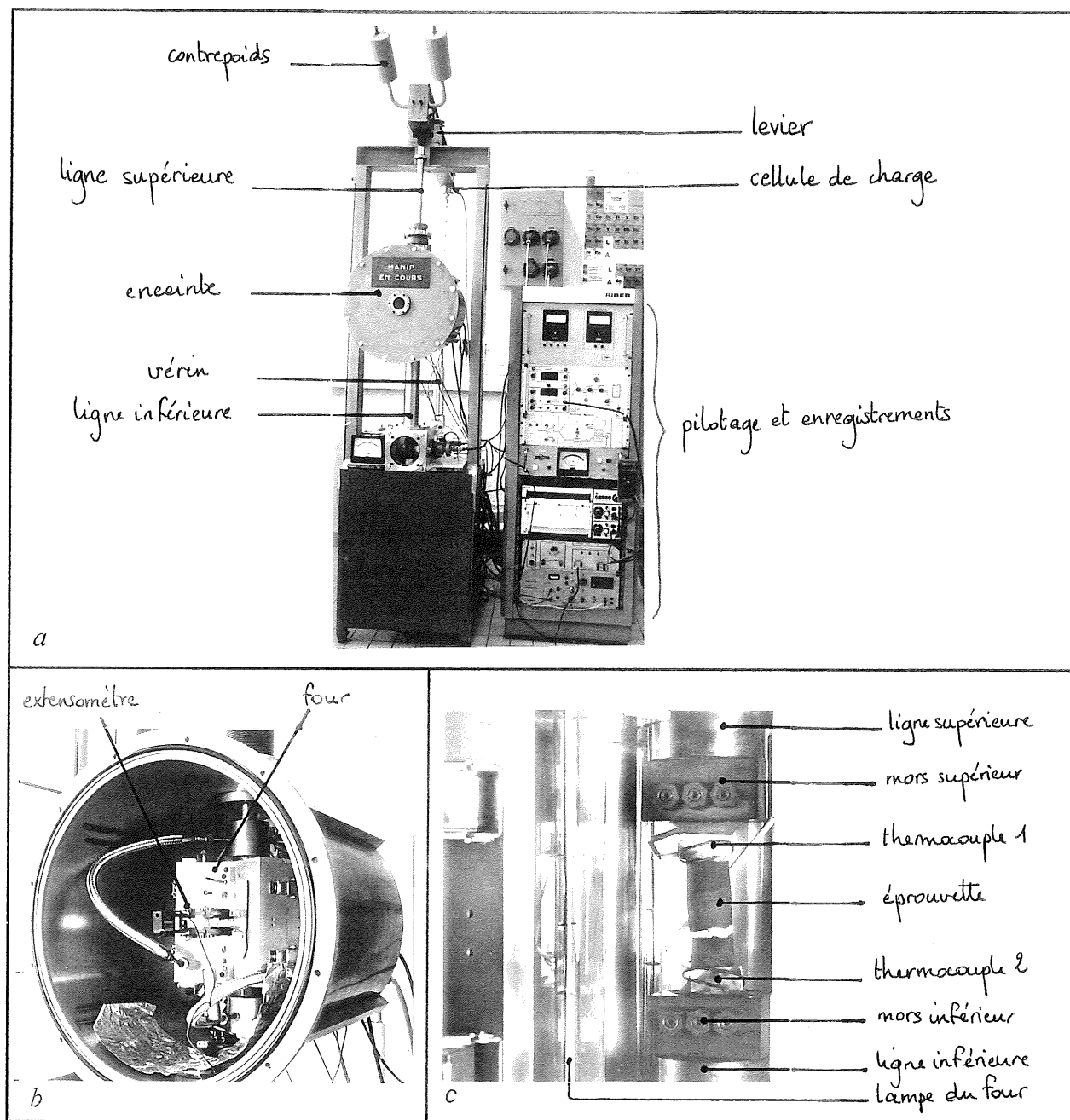


Figure C-22 : Géométrie des éprouvettes de feuillard d'Alliage 600

a - essais de traction b - essais de traction et de fluage



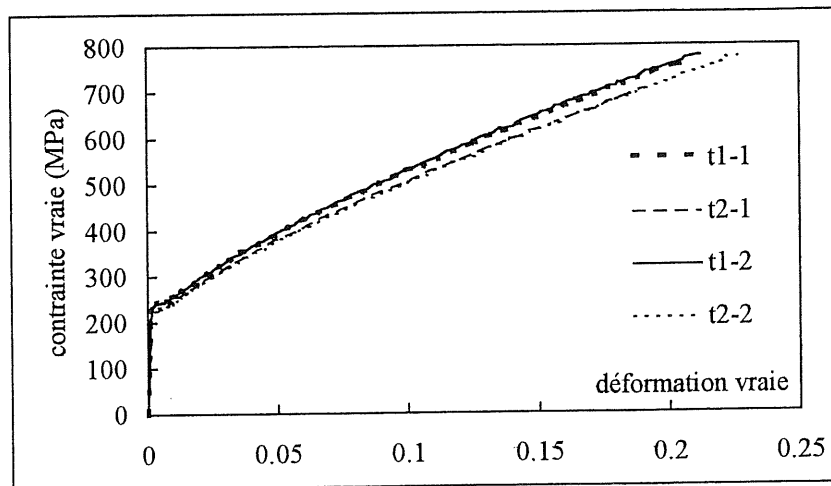


Figure C-24 : Propriétés du feuillard en traction à 400°C

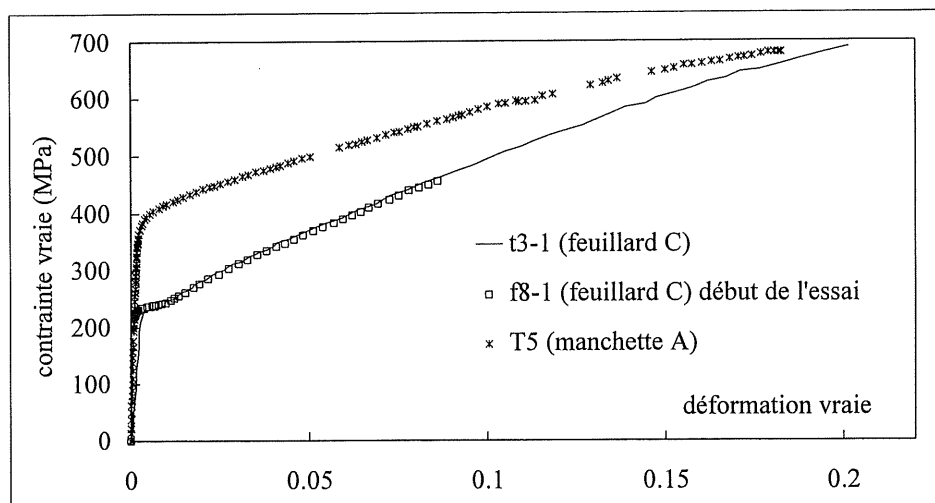


Figure C-25 : Comparaison des résultats obtenus en traction à 550°C avec le feuillard sur les deux machines et avec la manchette

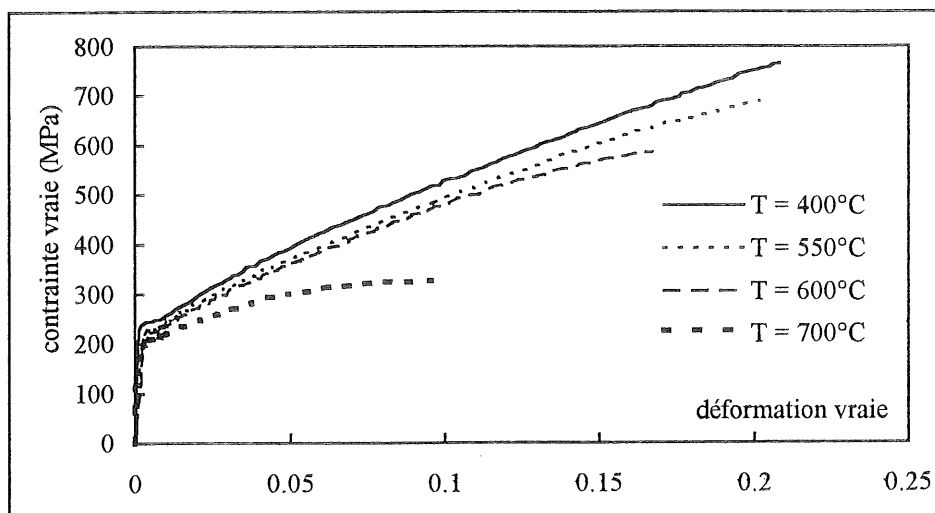


Figure C-26 : Evolution des propriétés du feuillard en traction avec la température (épaisseur 100 μm)

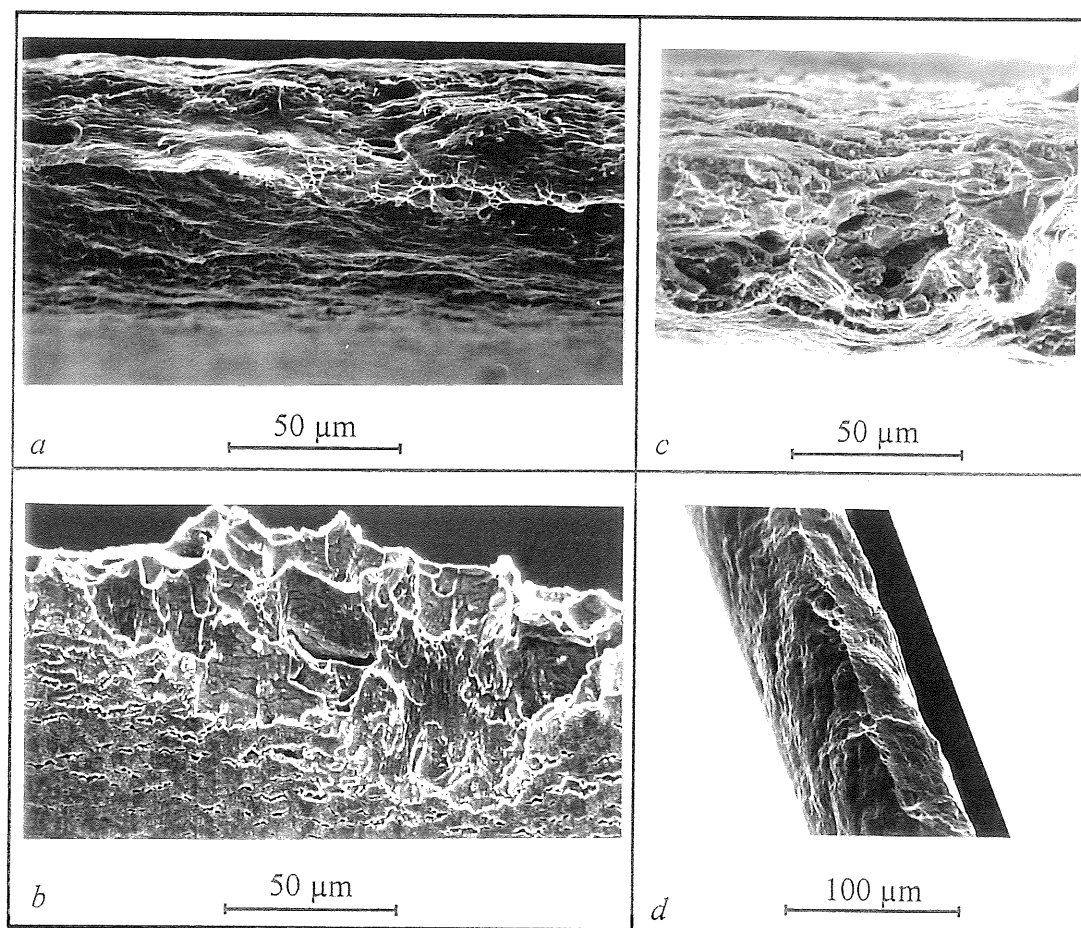


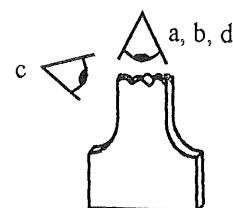
Figure C-27 : Modes de rupture des feuilards d'Alliage 600 en traction (épaisseur 100 μm)

a - $T = 550^\circ\text{C}$: rupture ductile

b - $T = 600^\circ\text{C}$: quelques facettes de joints de grains

c - $T = 700^\circ\text{C}$: rupture intergranulaire

d - $T = 400^\circ\text{C}$: striction quasiment totale



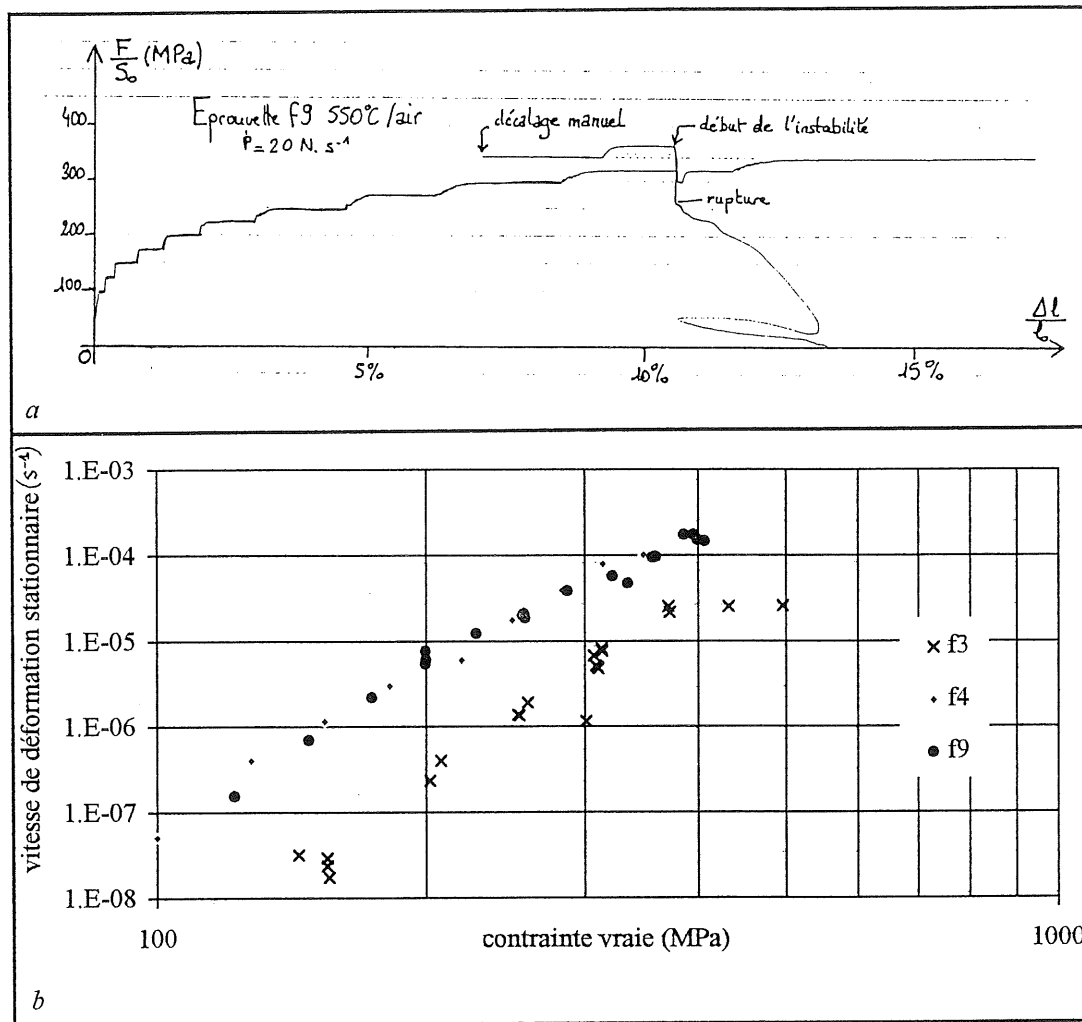


Figure C-28 : Fluage sous air à 550°C du feillard d'épaisseur 200 µm
a - courbe contrainte-déformation
b - effet du trajet de chargement

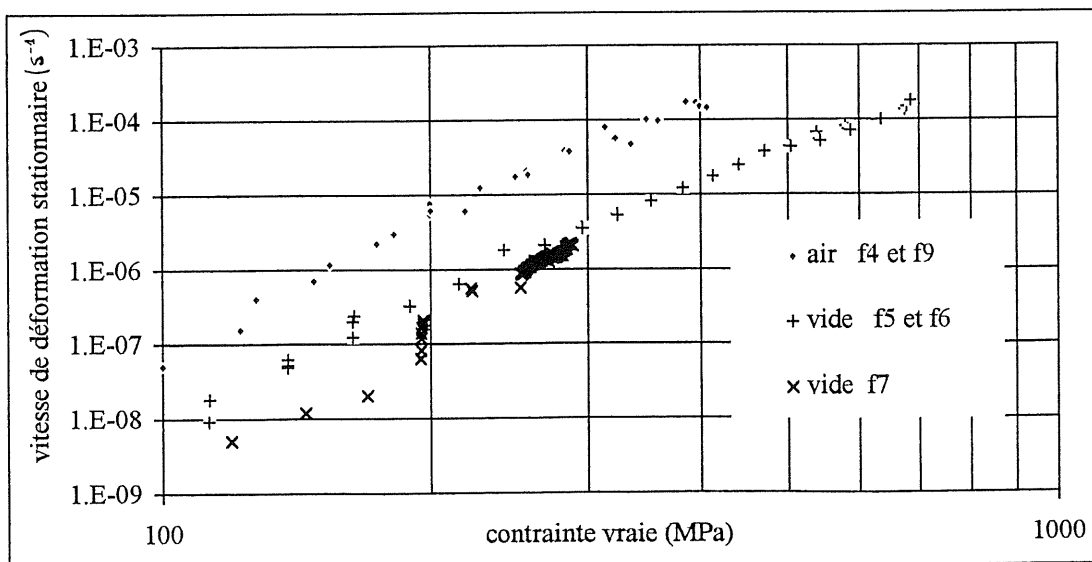


Figure C-29 : Effet de la pression totale sur les courbes de fluage à 550°C

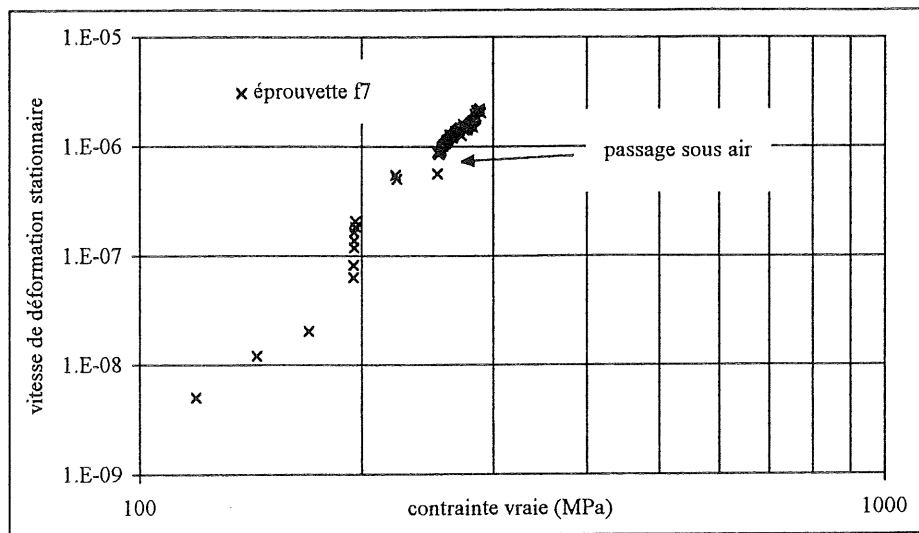


Figure C-30 : Transition vide-air à 550°C : pas d'effet sur la courbe de fluage

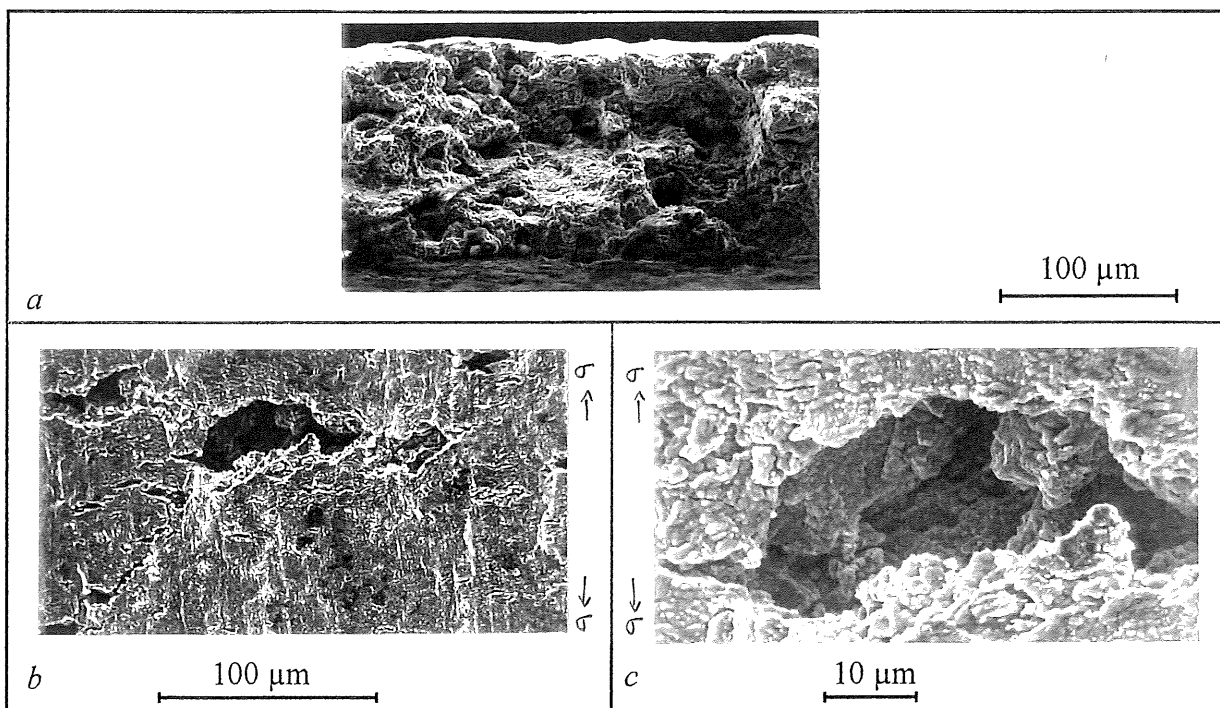
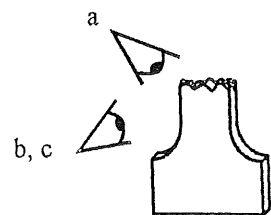
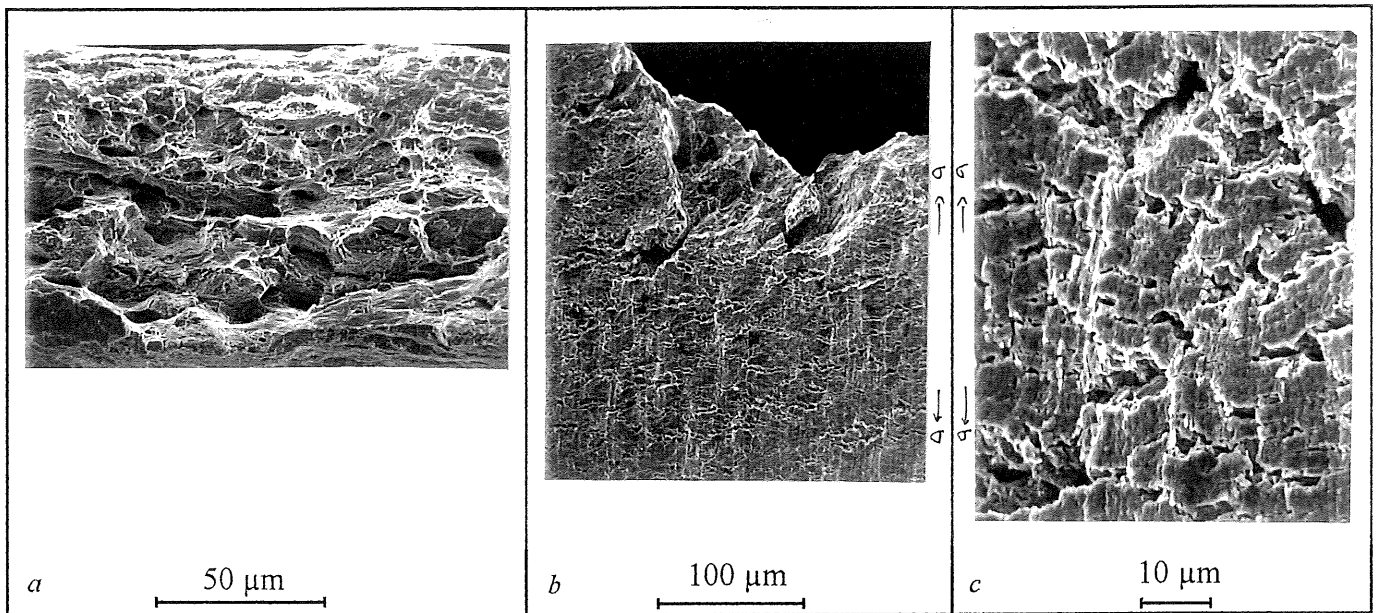
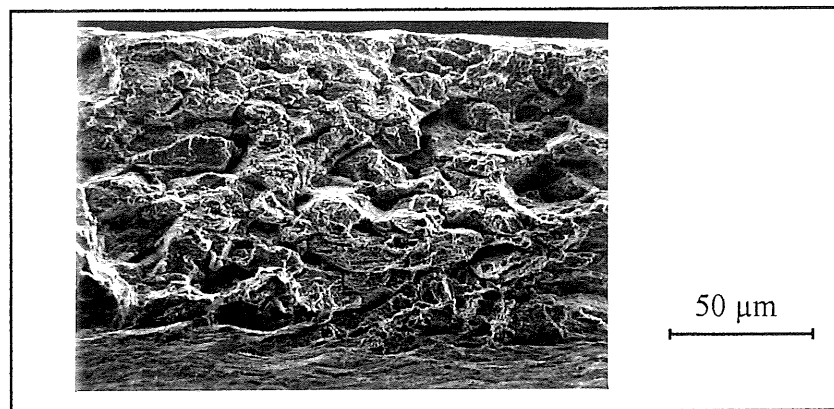
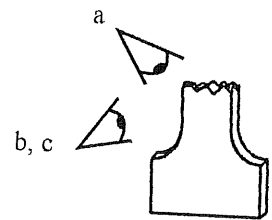


Figure C-31 : Rupture des éprouvettes après fluage sous air à 550°C
épreuve f4, contrainte finale 319 MPa

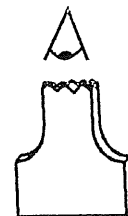




*Figure C-32 : Rupture des éprouvettes après fluage sous vide à 550°C
éprouvette f5, contrainte finale 675 MPa*



*Figure C-33 : Rupture de l'éprouvette f7 (transition vide-air) à 550°C
contrainte finale 289 MPa*



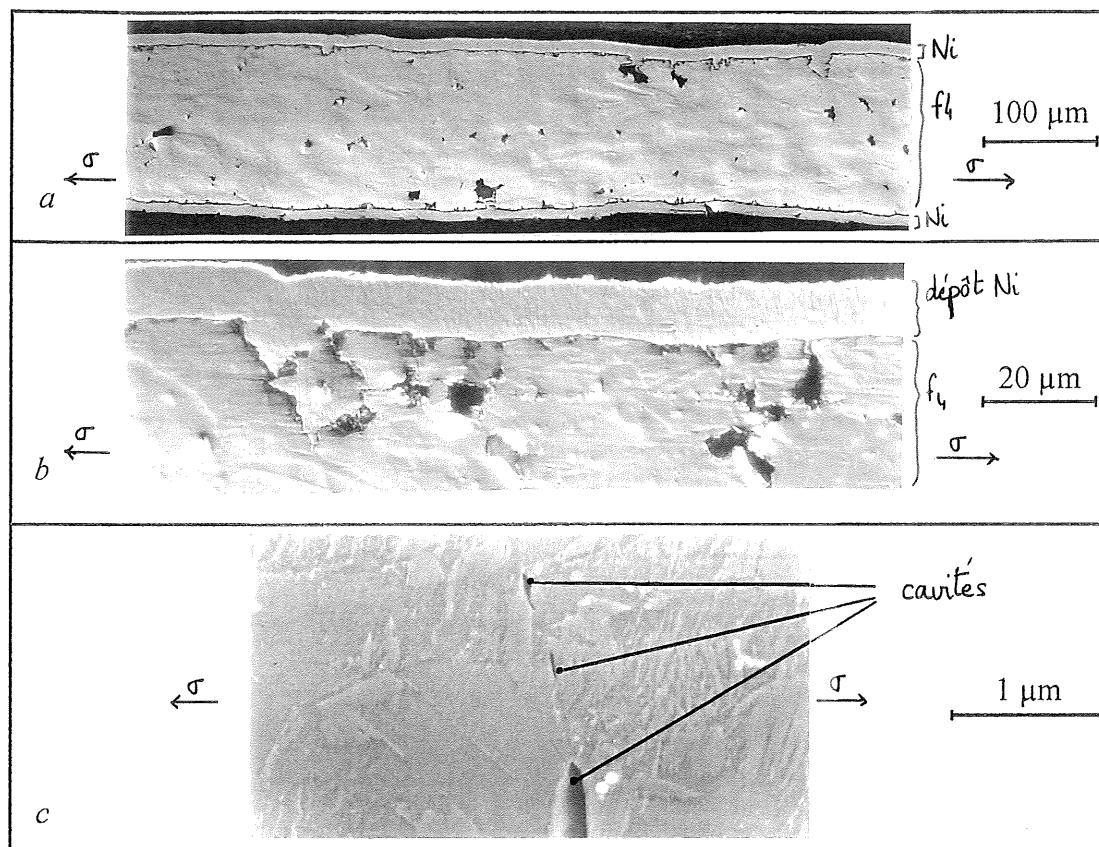
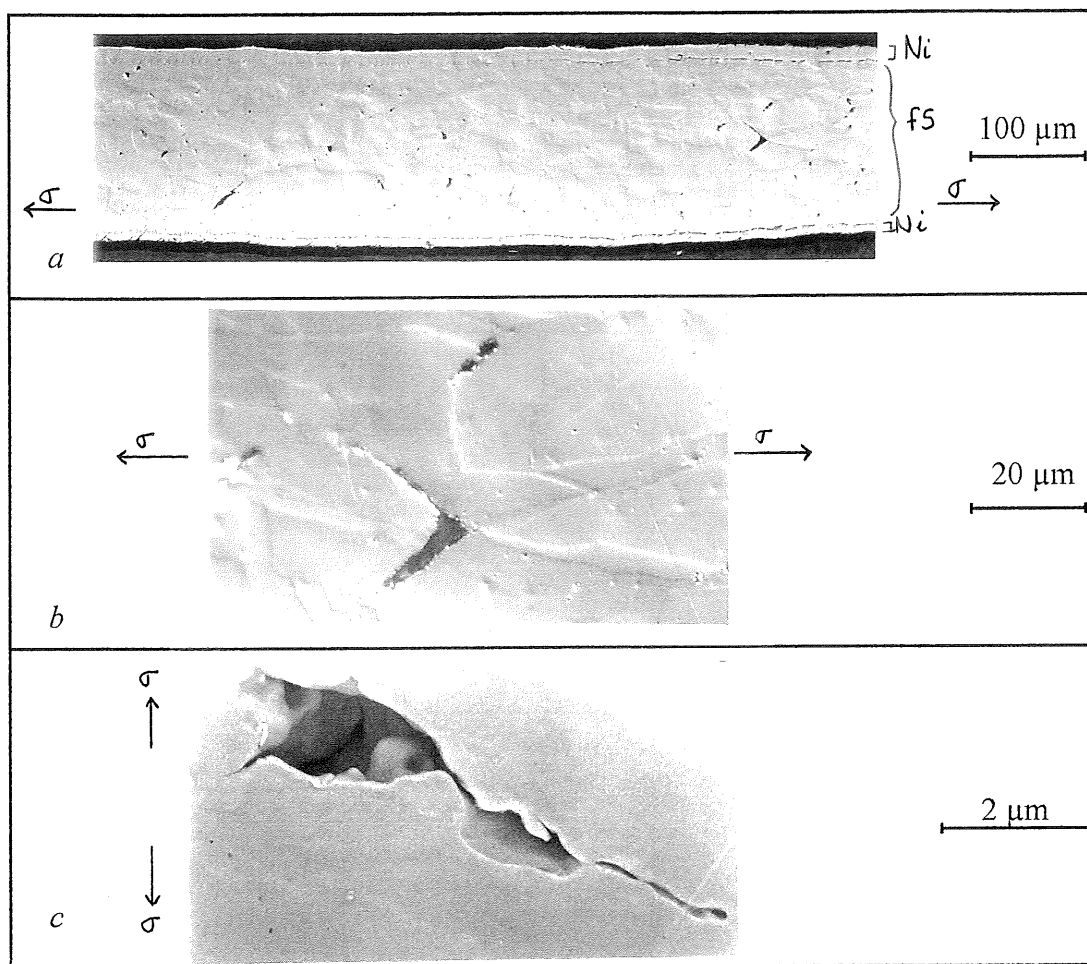


Figure C-34 : Cavitation dans l'éprouvette f4 rompue en fluage sous air à 550°C

a - vue générale au microscope optique : cavitation dans tout le volume

b - vue rapprochée

c - germes de cavités observés au MEB



*Figure C-35 : Cavitation dans l'éprouvette f5 rompue en fluage sous vide à 550°C
 a - vue générale au microscope optique : cavitation dans tout le volume
 b - vue rapprochée : fissures intergranulaires
 c - germes de cavités observés au MEB*

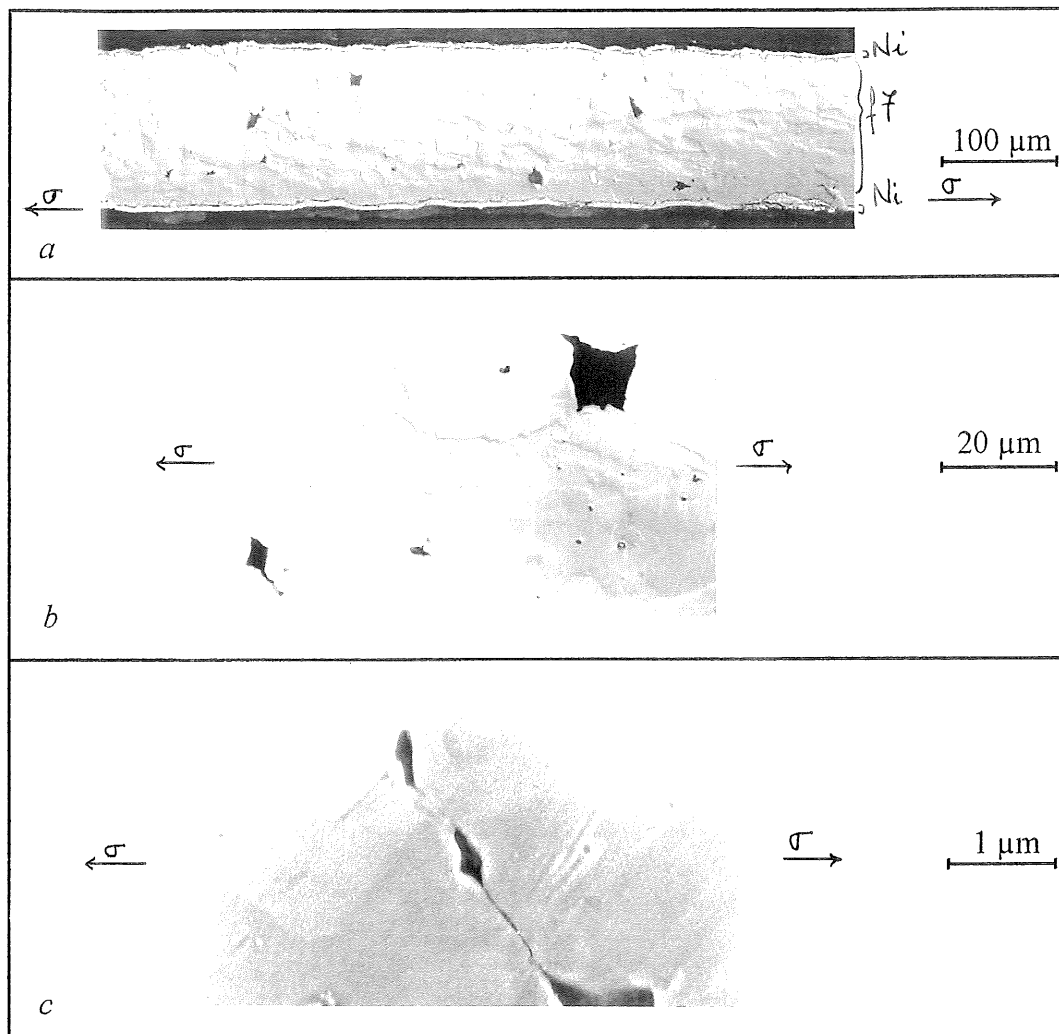


Figure C-36 : Cavitation dans l'éprouvette f7 rompue en fluage après transition vide-air à 550°C
 a - vue générale au microscope optique : cavitation dans tout le volume
 b - vue rapprochée : cavité intergranulaire
 c - la même cavité (détail) et les germes voisins, observés au MEB

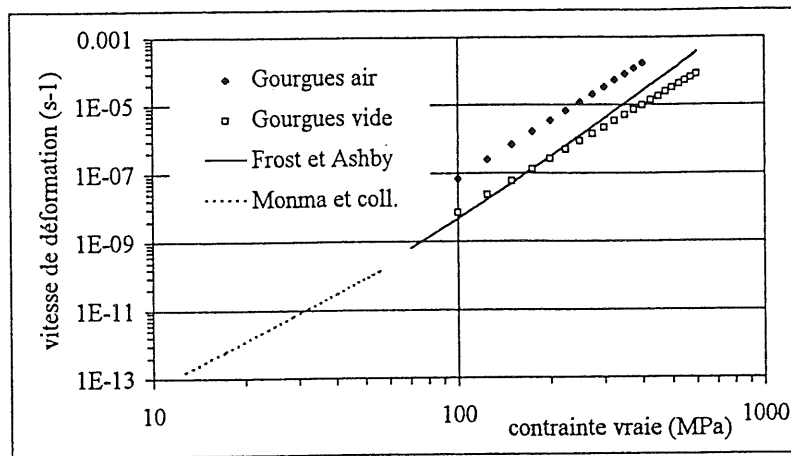


Figure C-37 : Comparaison entre les résultats obtenus sur le feuillard et le comportement donné dans la littérature dans le cas de Ni-20Cr [Monma 1964 et Frost 1982]

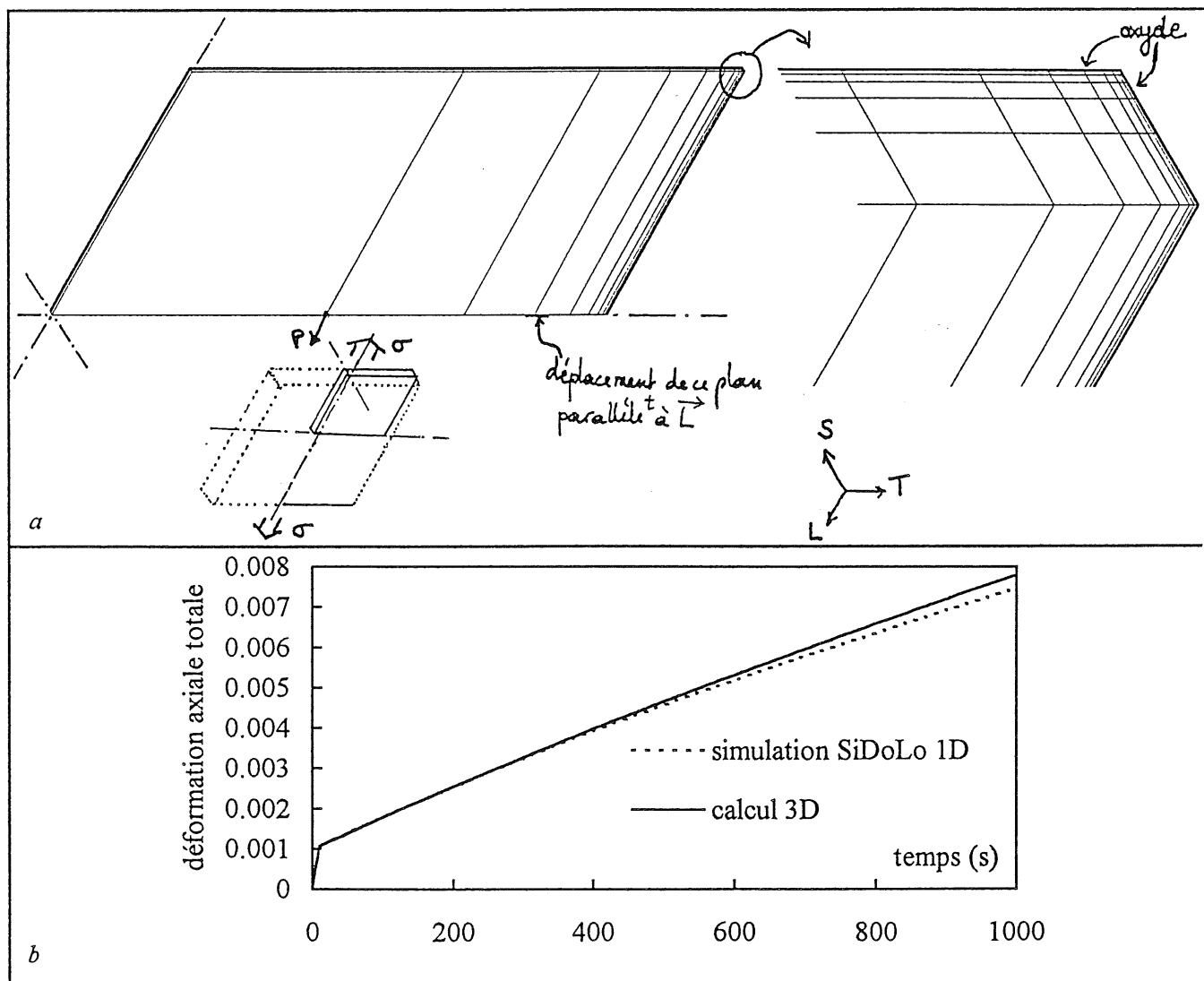


Figure C-38 : Vérification par le calcul de l'état de contraintes dans la partie utile des éprouvettes
 a - conditions de calcul
 b - courbes de fluage obtenues pour une contrainte macroscopique de 200 MPa (métal nu)

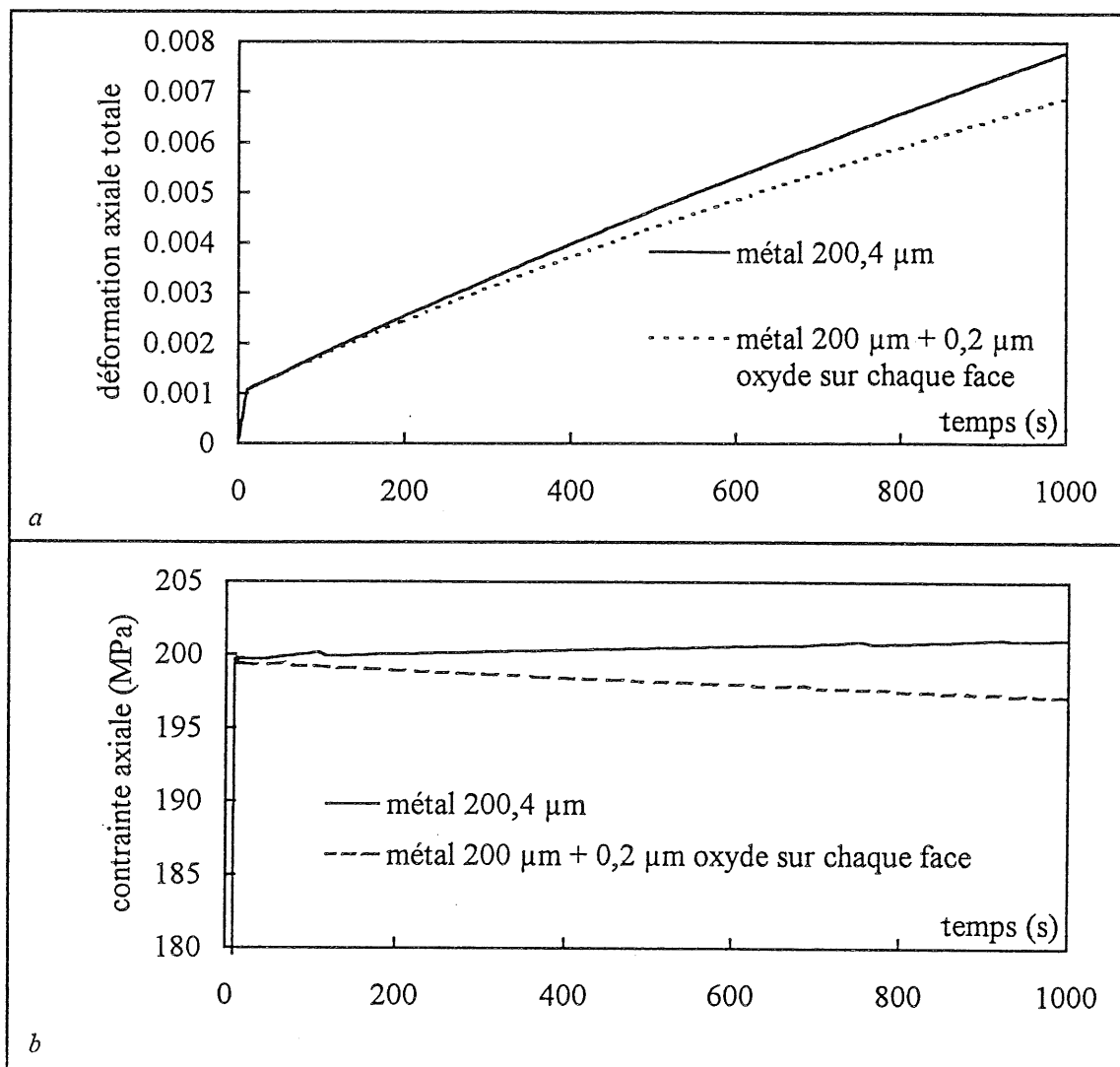


Figure C-39 : Effet de renforcement dû à la couche d'oxydes
 a - courbe de fluage obtenue pour une contrainte macroscopique de 200 MPa
 b - reprise du chargement par l'oxyde et baisse de la charge dans l'éprouvette

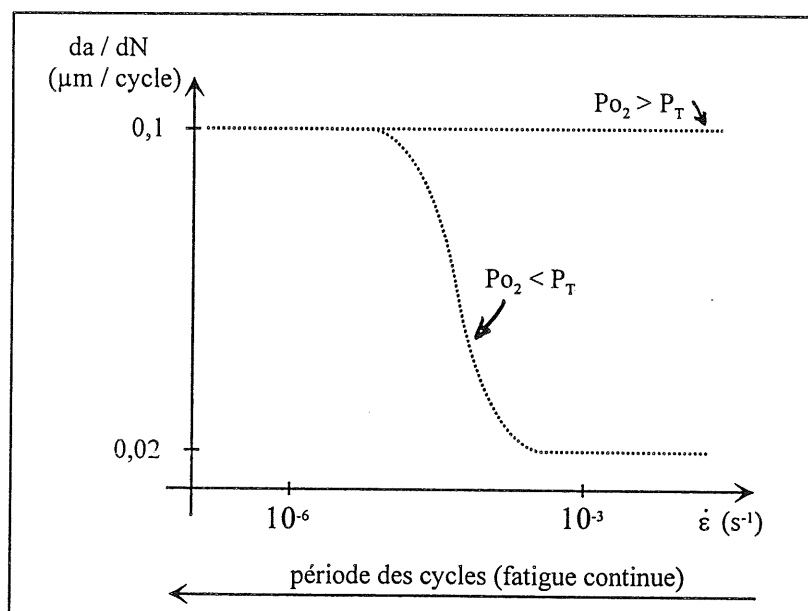


Figure C-40 : Influence de la vitesse de déformation locale sur l'effet de la pression partielle d'oxygène :
 cas de l'Alliage 600 à 550°C

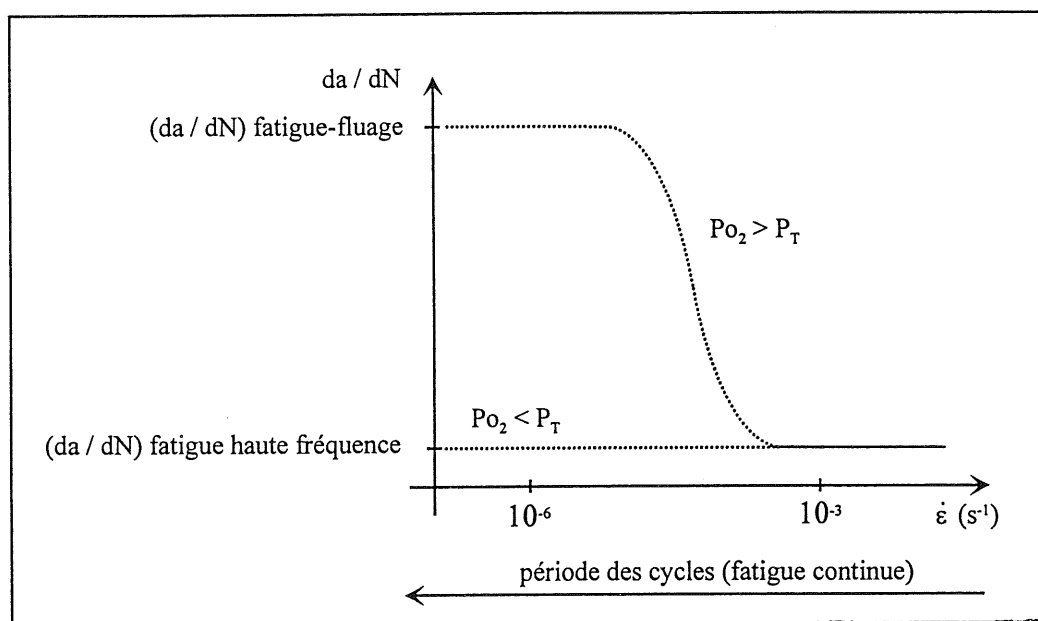


Figure C-41 : Influence de la vitesse de déformation locale sur l'effet de la pression partielle d'oxygène : cas des superalliages 718 et N18 à 650°C

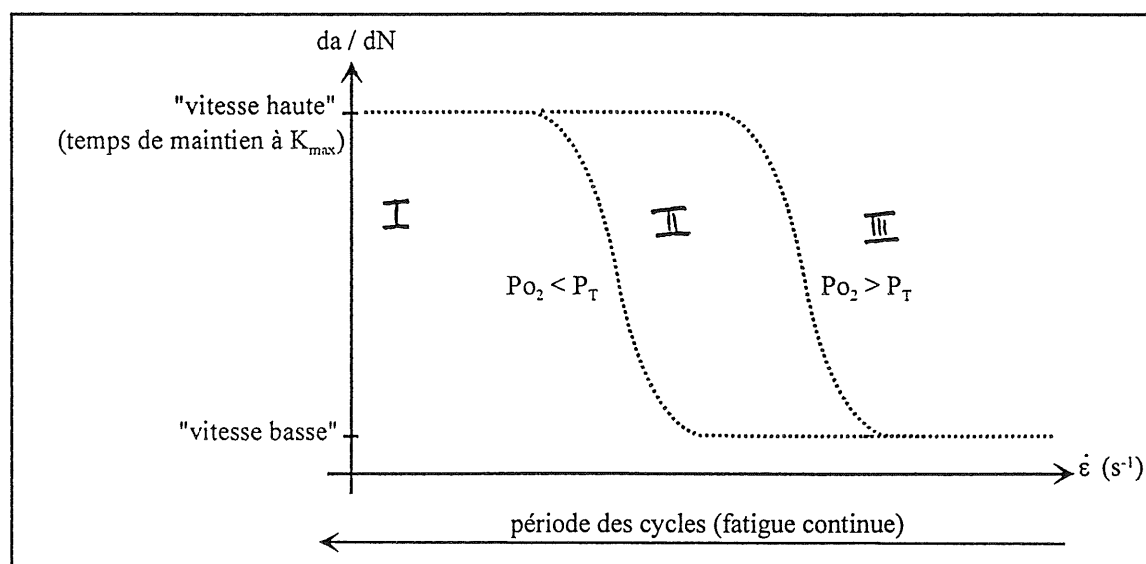


Figure C-42 : Influence de la vitesse de déformation locale sur l'effet de la pression partielle d'oxygène : courbe générale

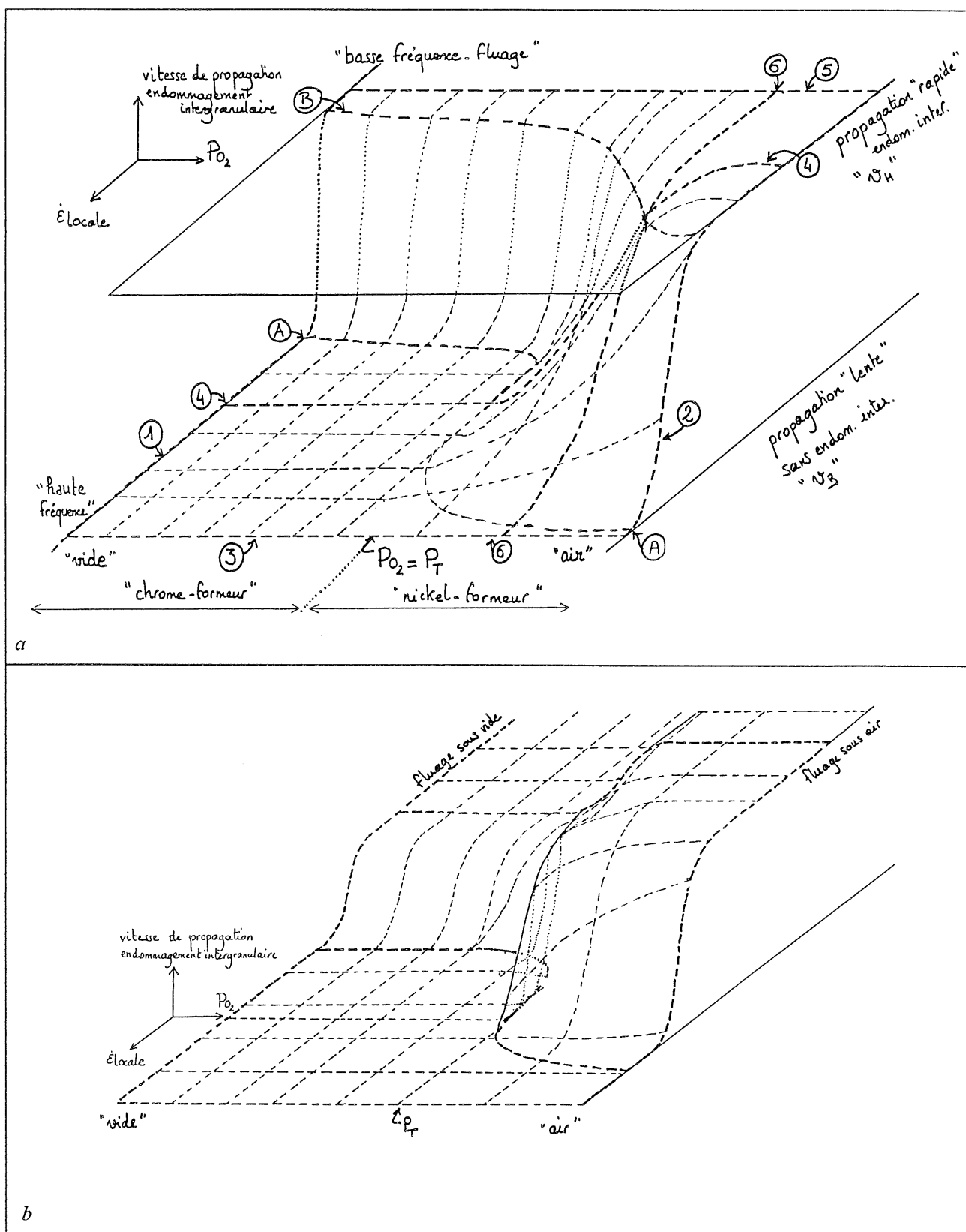


Figure C-43 : Visualisation des effets de la vitesse de déformation locale et de la pression partielle d'oxygène sur la propagation de fissure intergranulaire
 a - alliage s'endommageant en fluage (Alliage 600)
 b - alliage résistant au fluage (superalliages base nickel)

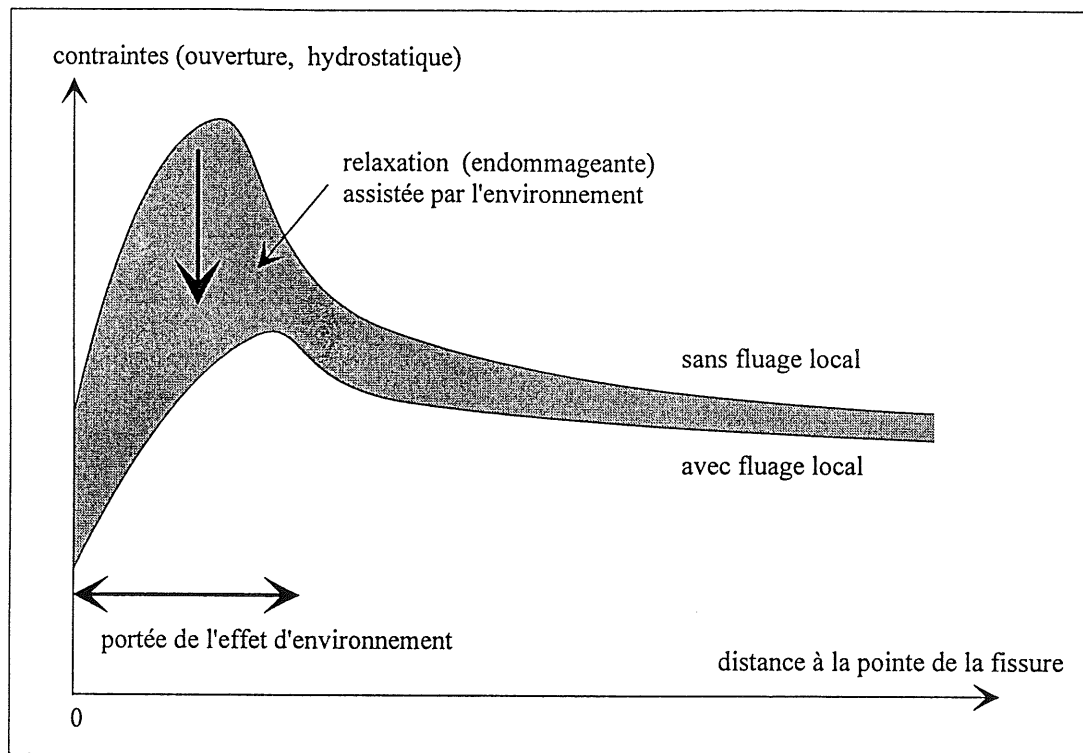


Figure C-44 : Endommagement de fluage en pointe de fissure, assisté par les effets d'environnement

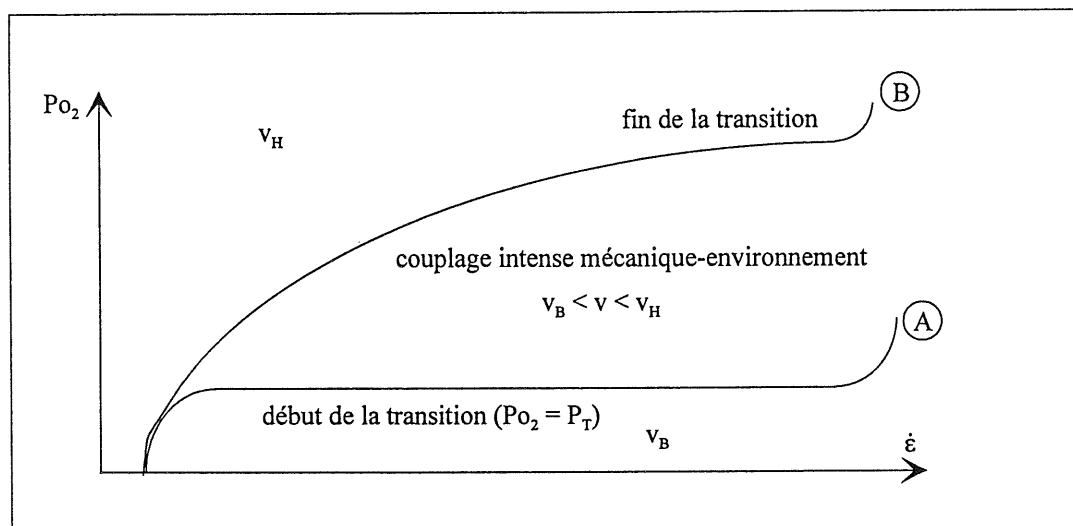


Figure C-45 : Evolution des pressions de début et de fin de transition avec la vitesse de déformation : coupe par un plan horizontal

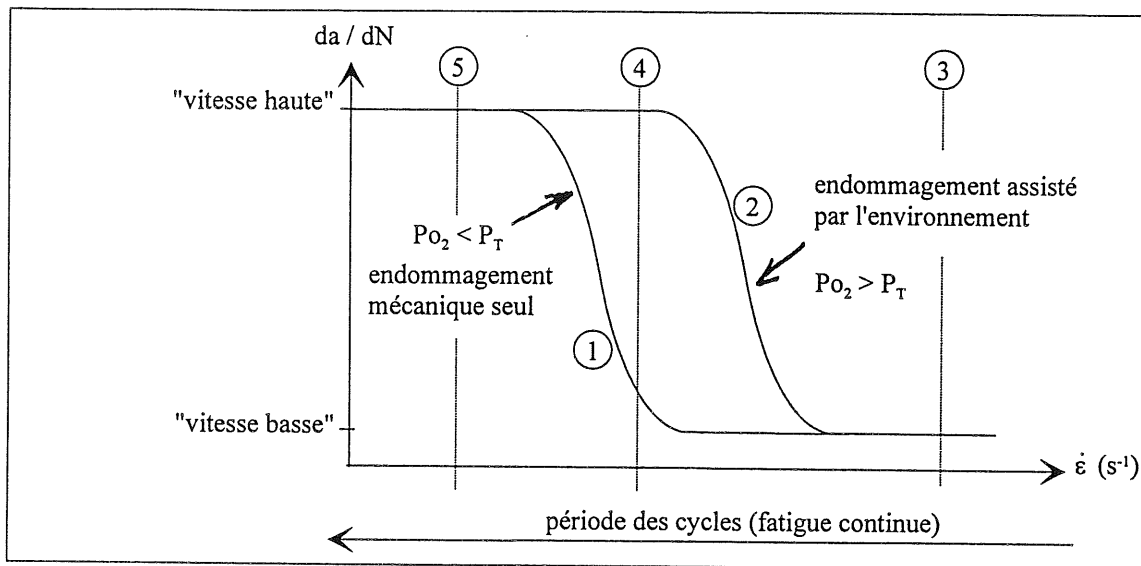


Figure C-46 : Influence de la vitesse de déformation sur la propagation de fissure intergranulaire : coupe par deux plans ($P_{O_2} = \text{constante}$)

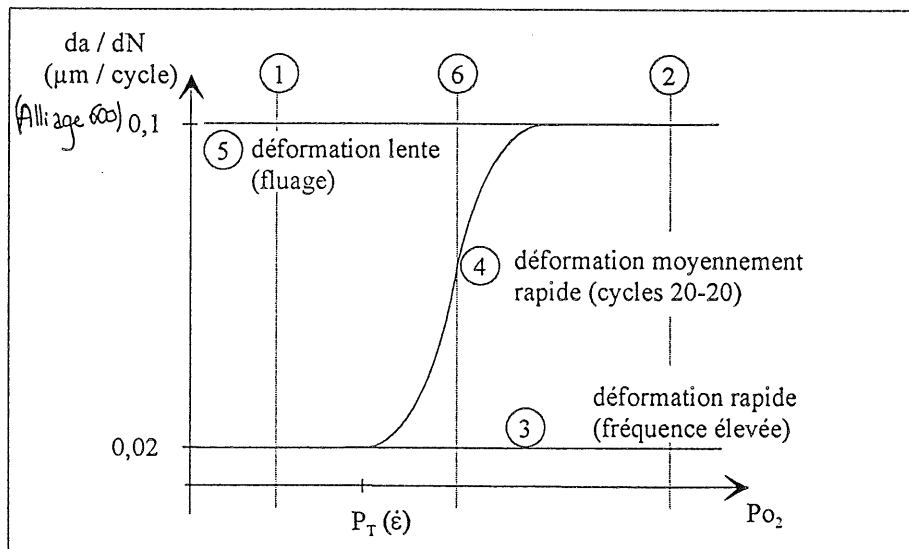


Figure C-47 : Influence de la pression partielle d'oxygène sur la propagation de fissure intergranulaire : coupe par trois plans (vitesse de déformation locale constante)

PROPAGATION DE FISSURE ASSISTEE PAR L'ENVIRONNEMENT

ENTRE 320 ET 400°C

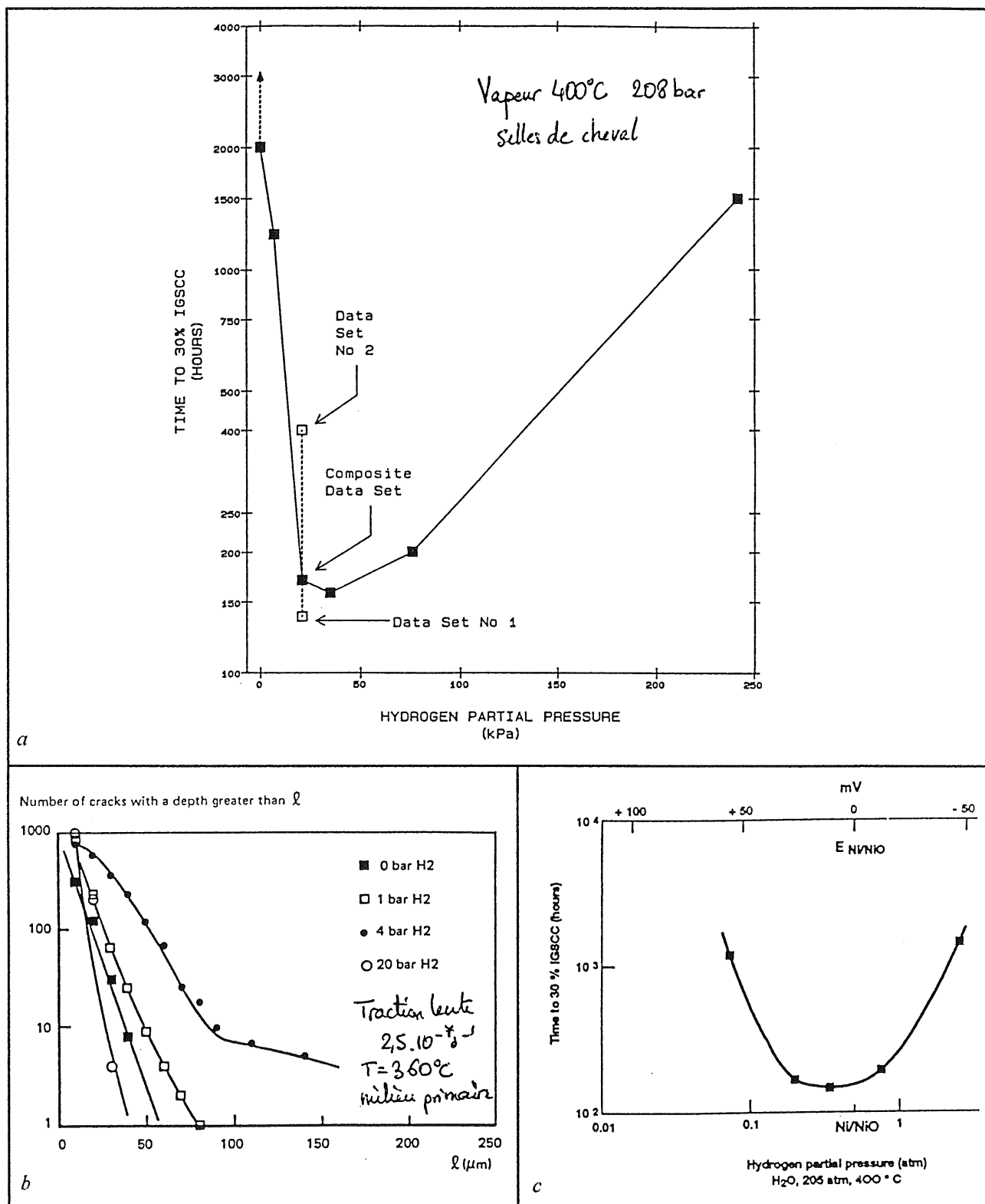


Figure D-1 : Effets de la pression partielle d'hydrogène sur la sensibilité de l'Alliage 600 à la corrosion sous contrainte

a - sur selles de cheval dans la vapeur à 400°C [Economy 1987]

b - en traction lente à 360°C dans le milieu primaire [Boursier 1993b]

c - fenêtre de potentiel mise en évidence par Scott [1996a]

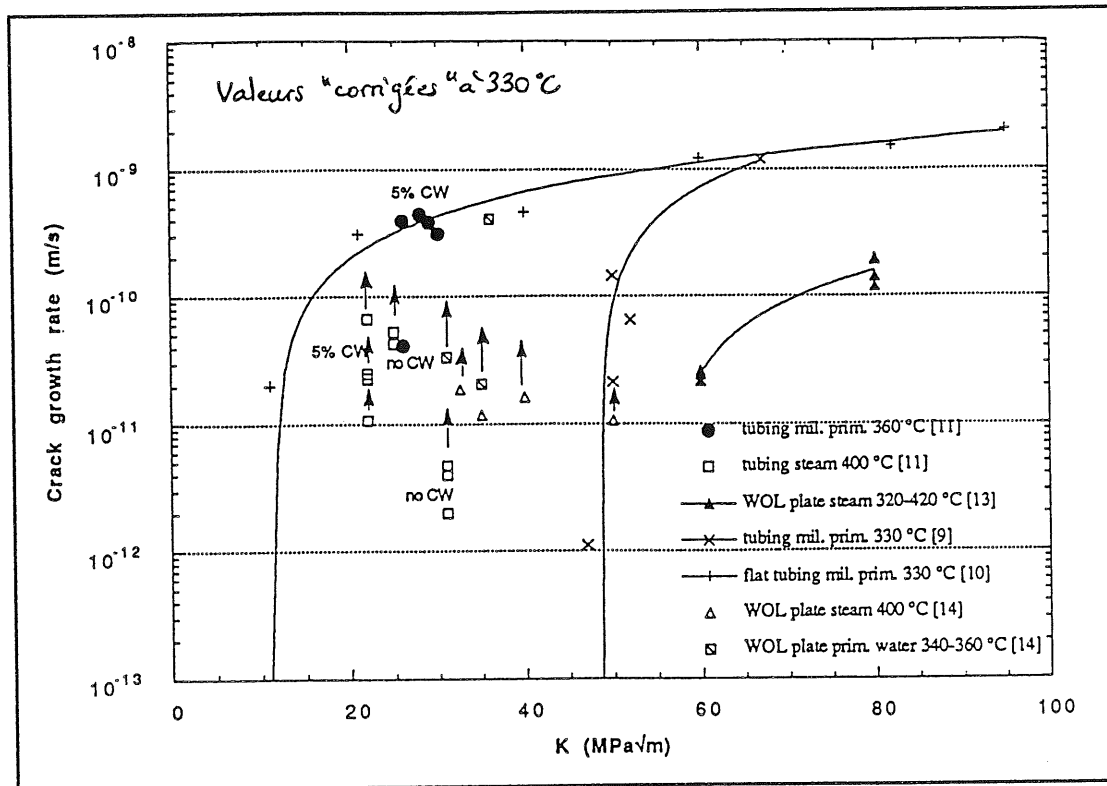


Figure D-2 : Données de propagation de fissure à charge constante [Cassagne 1992b]

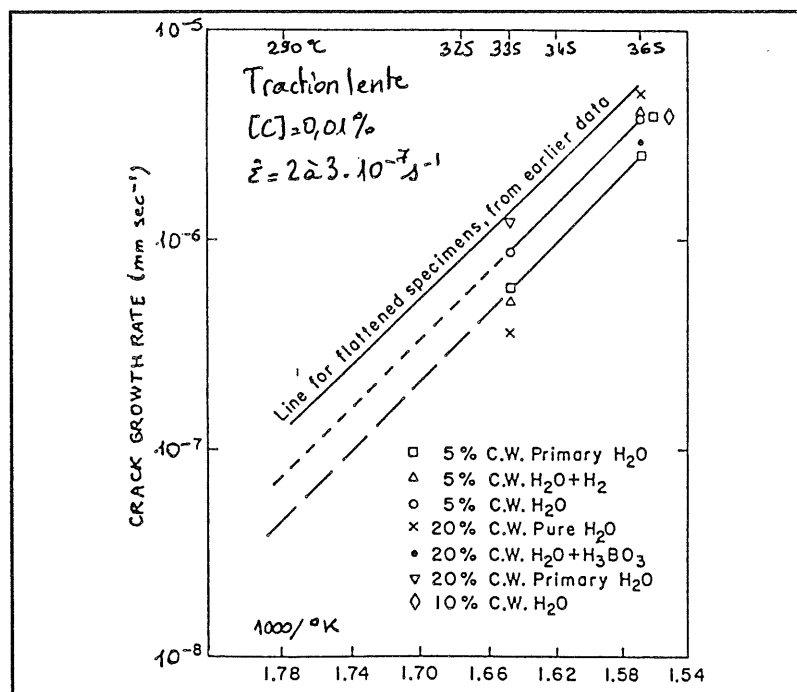


Figure D-3 : Effet de l'écroutissage sur la vitesse de propagation de fissure apparente en traction lente [Bandy 1985]

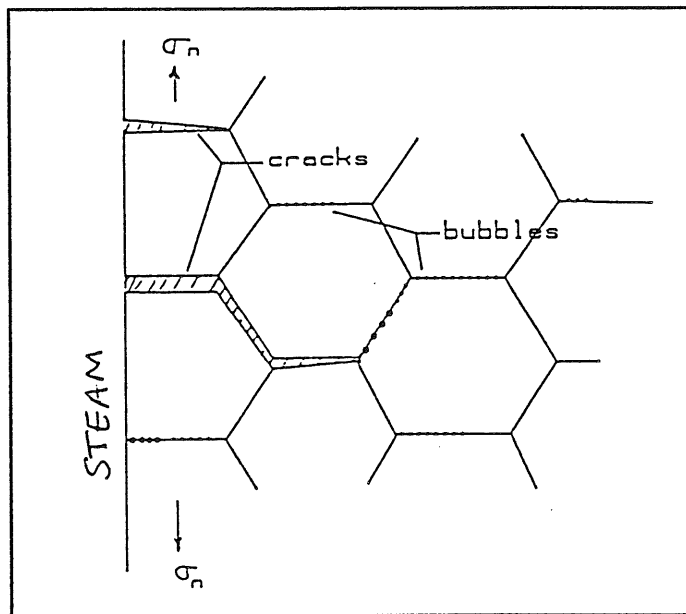
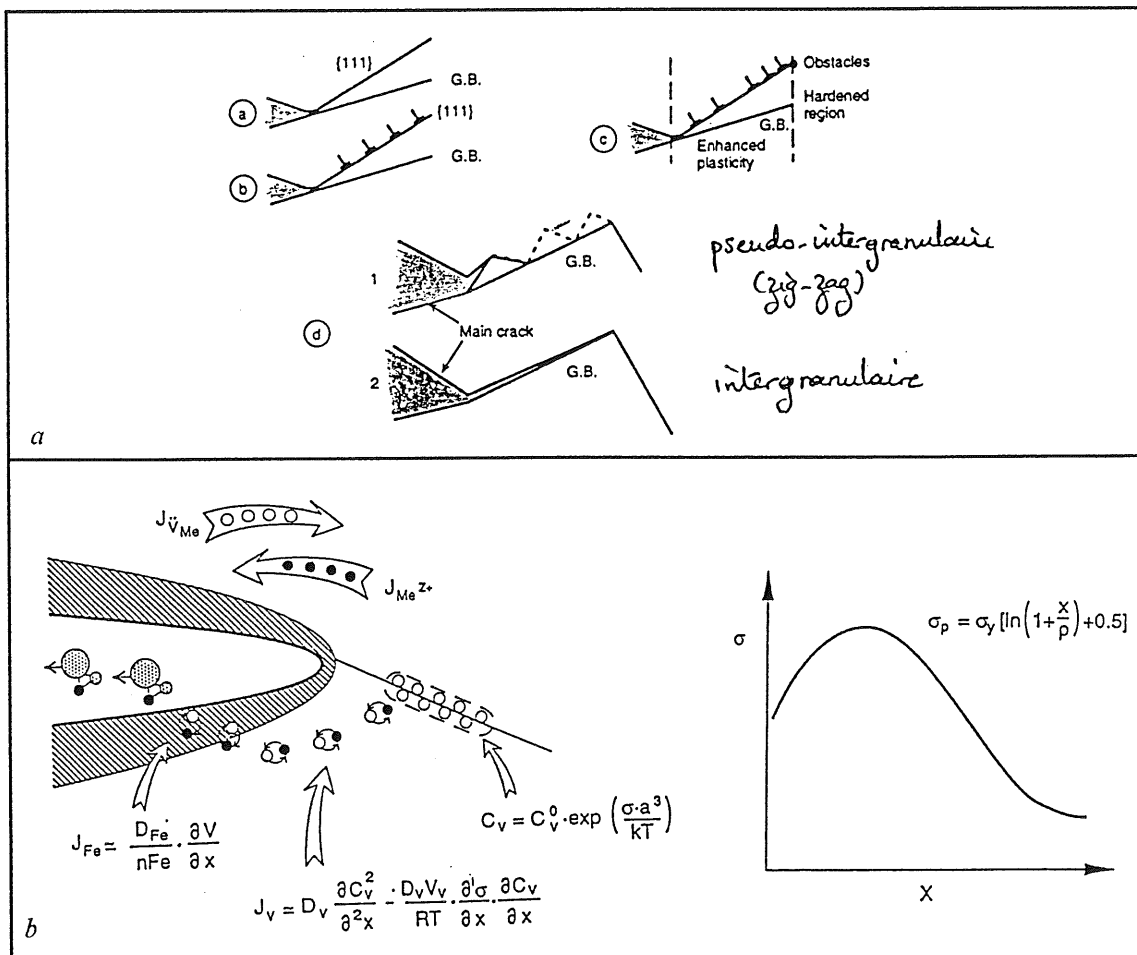


Figure D-4 : Principe du modèle de Shen et Shewmon [Shen 1990]

Figure D-5 : Interactions corrosion-déformation
a - modèle de Magnin [Rios 1995] b - modèle de Saario [1995]

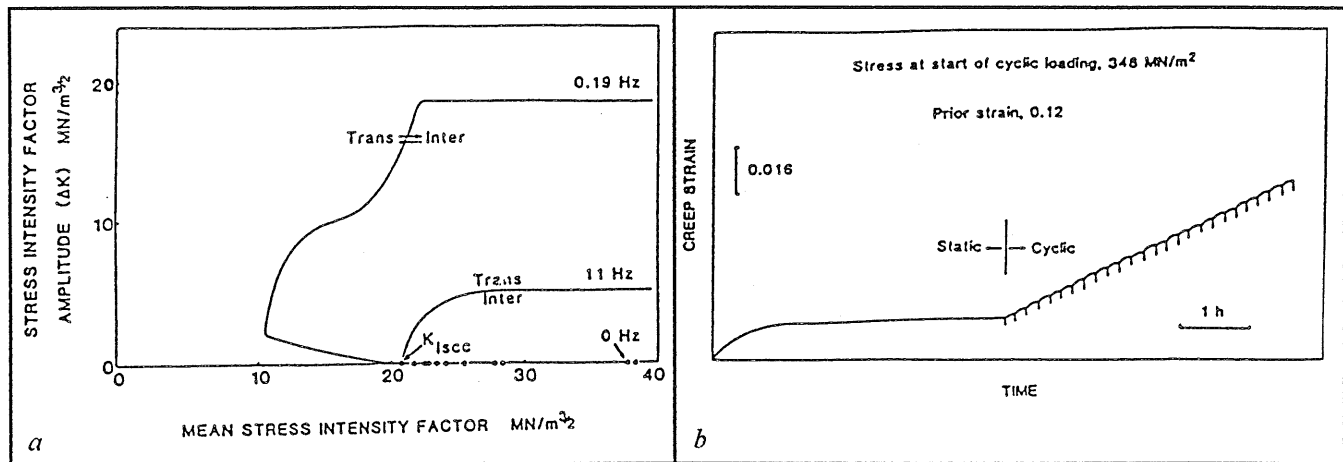


Figure D-6 : Rôle de la vitesse de déformation sur la fissuration par fatigue-corrosion des tubes de transport de gaz en milieu carbonate/bicarbonate, à 75°C [Parkins 1990]

- a - régimes dépendant du temps (rupture intergranulaire) et du cycle (rupture transgranulaire)
- b - « réamorçage » du fluage à la température ambiante par des séquences périodiques de déchargement-rechargement (1 minute toutes les 10 minutes)

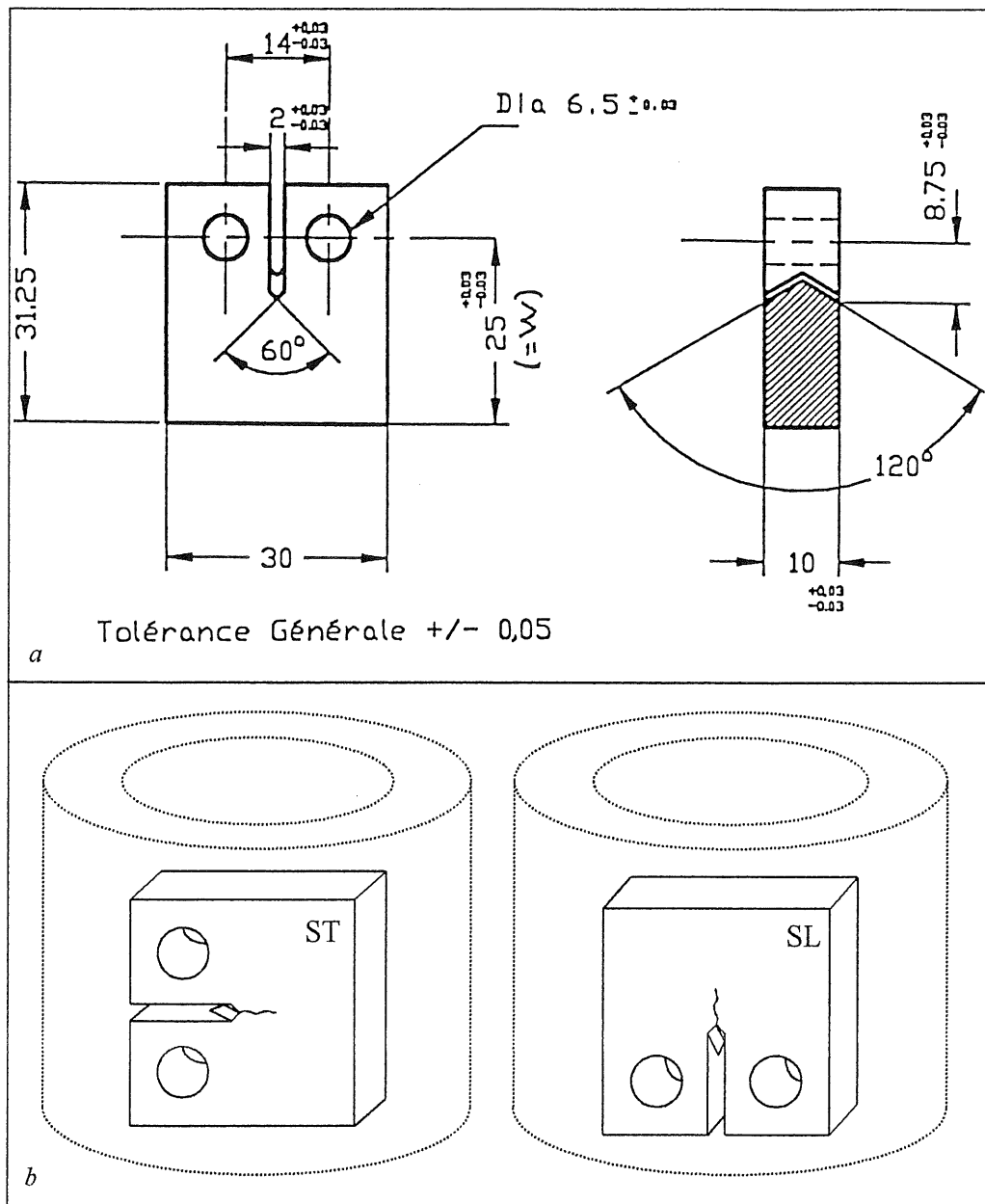


Figure D-7 : Prélèvement des éprouvettes CT 12,5-10

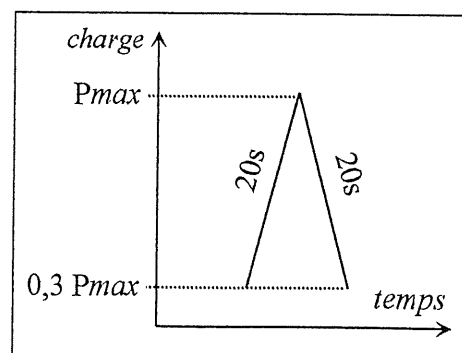


Figure D-8 : Cycle de fatigue lente 20-20 utilisé à 400°C

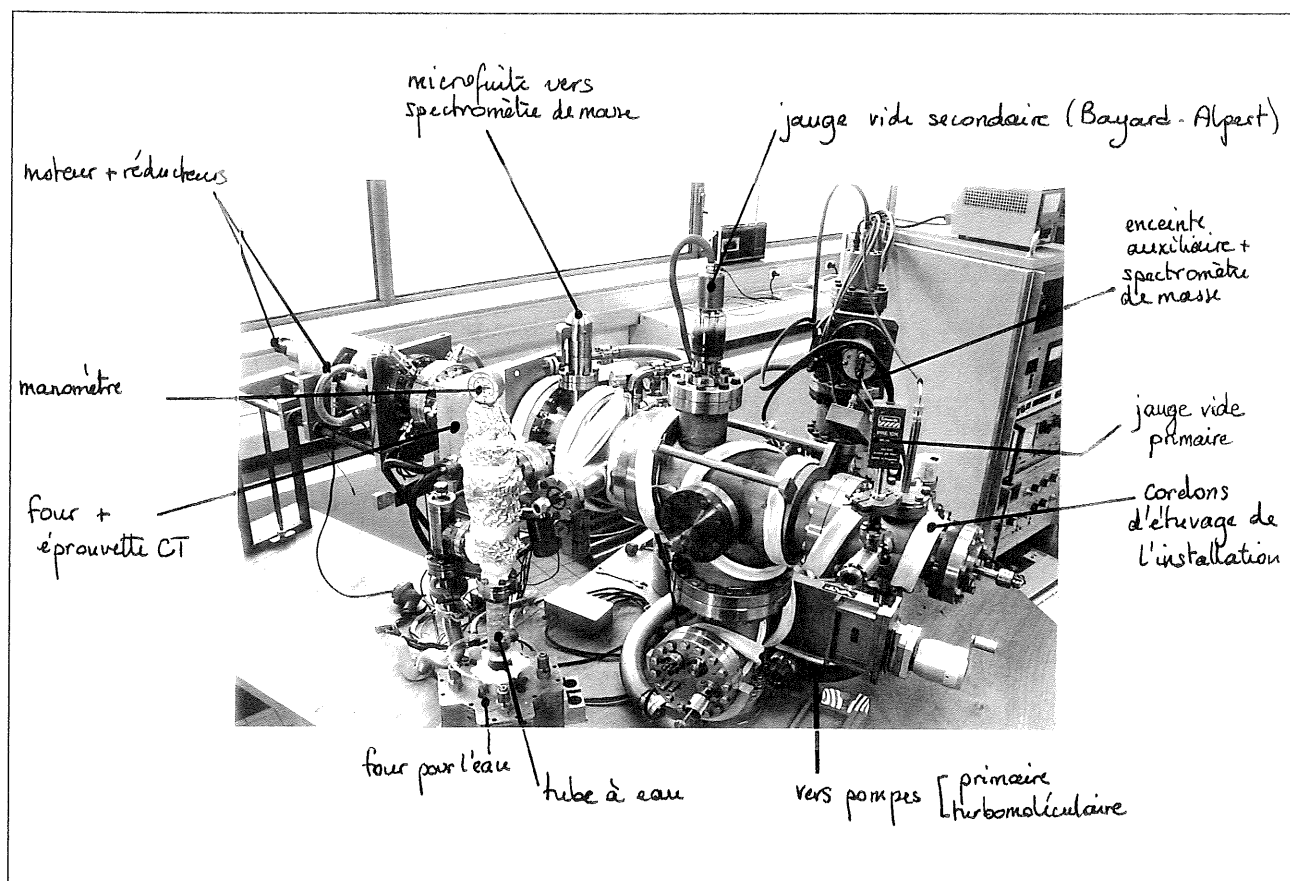


Figure D-9 : Machine utilisée

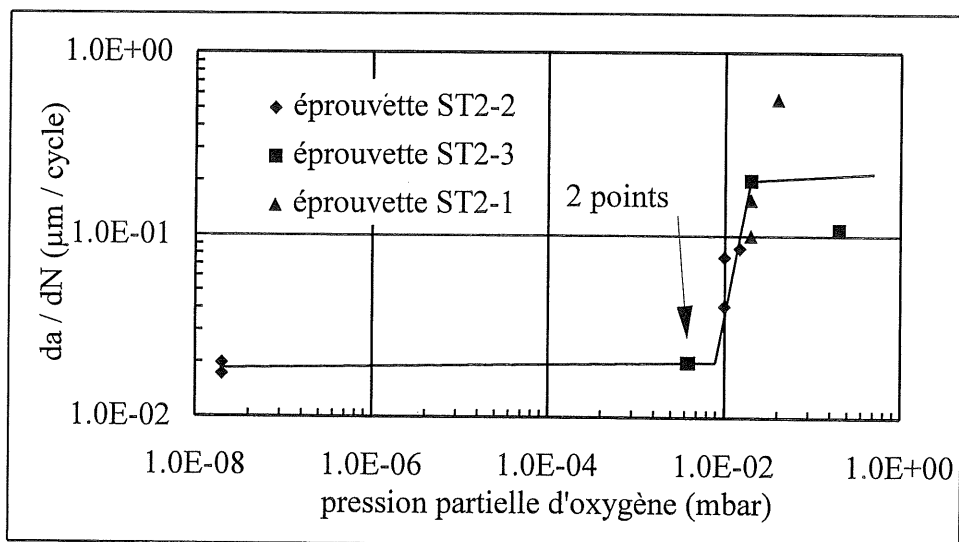


Figure D-10 : Evolution de la vitesse de propagation de la fissure avec la pression partielle d'oxygène à 400°C

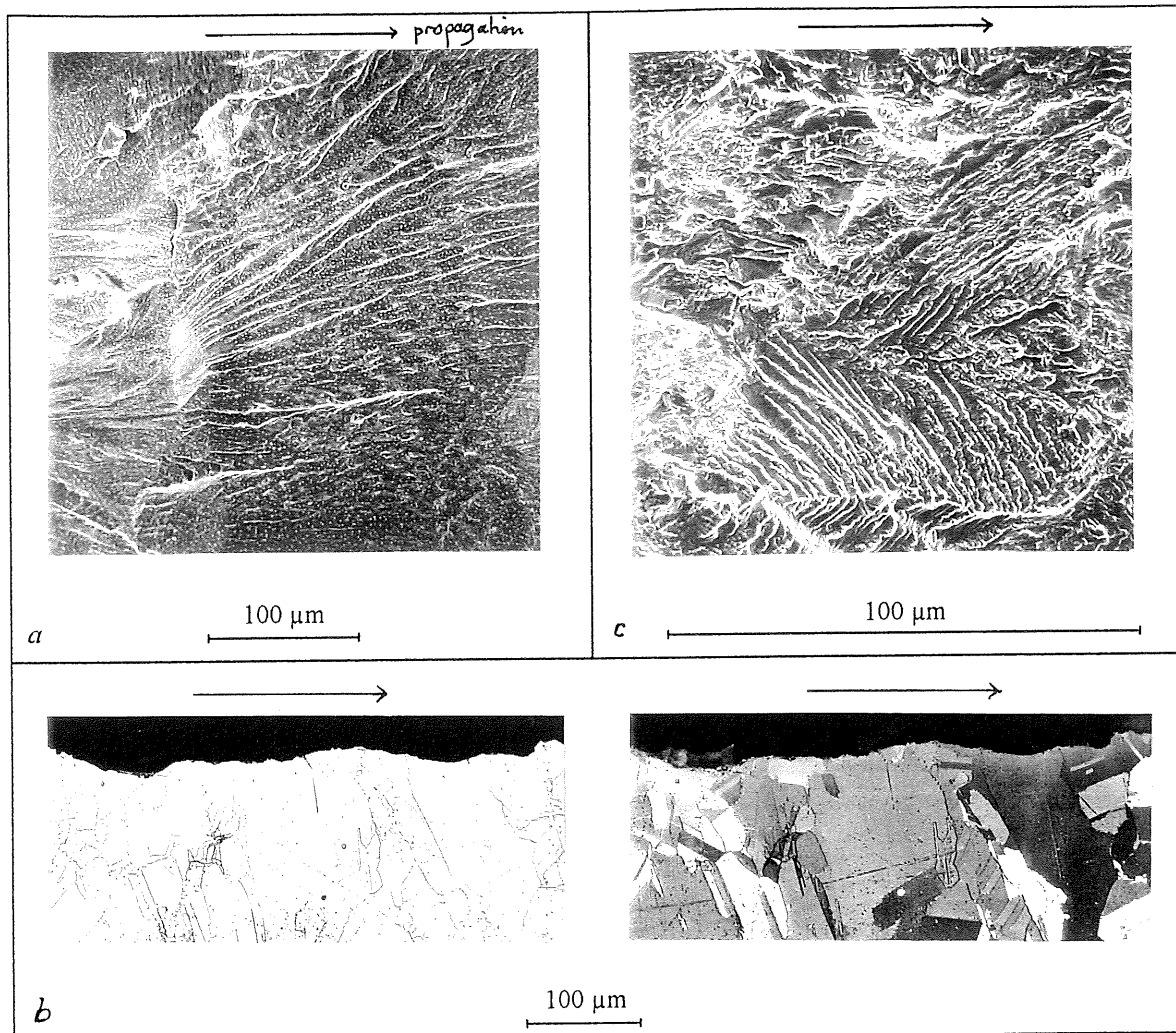


Figure D-11 : Mode de rupture après propagation sous vide (ST2-2)

a - faciès de rupture b - vue en coupe

c - comparaison avec le faciès obtenu en fatigue « rapide » à 20°C

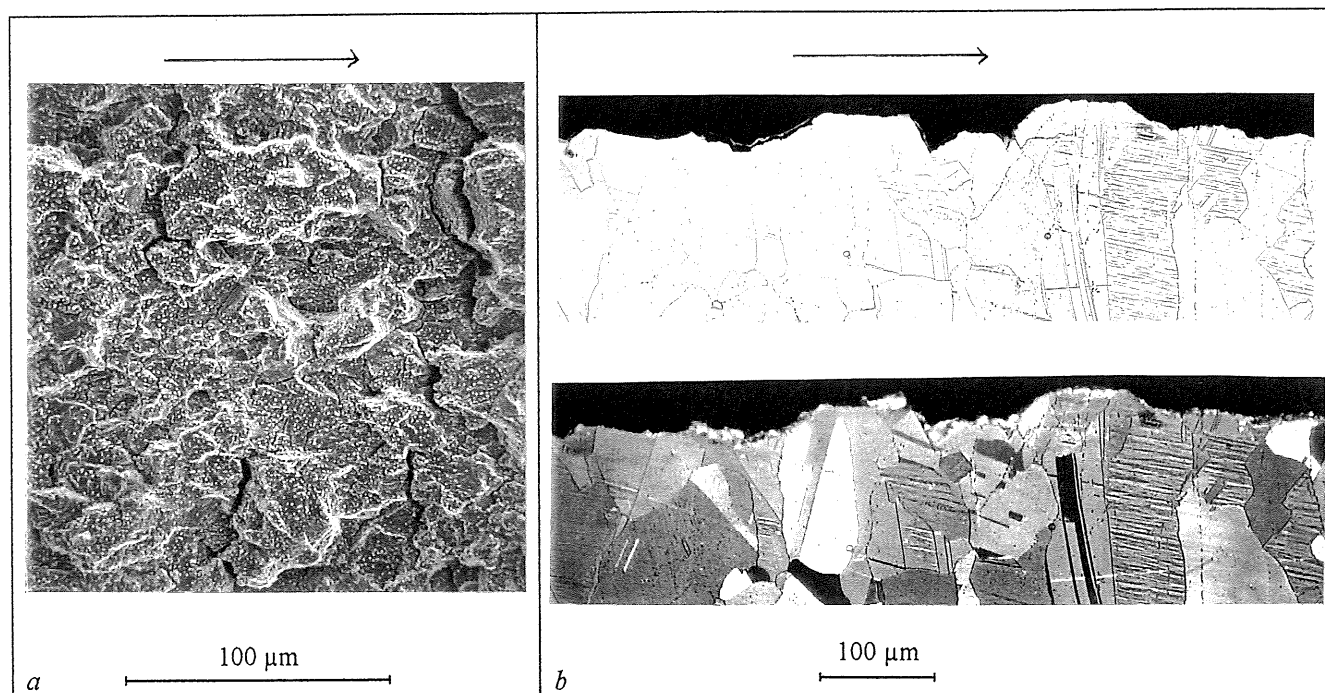


Figure D-12 : Mode de rupture après propagation sous air

a - faciès de rupture (ST2-1) b - vue en coupe (ST2-2)

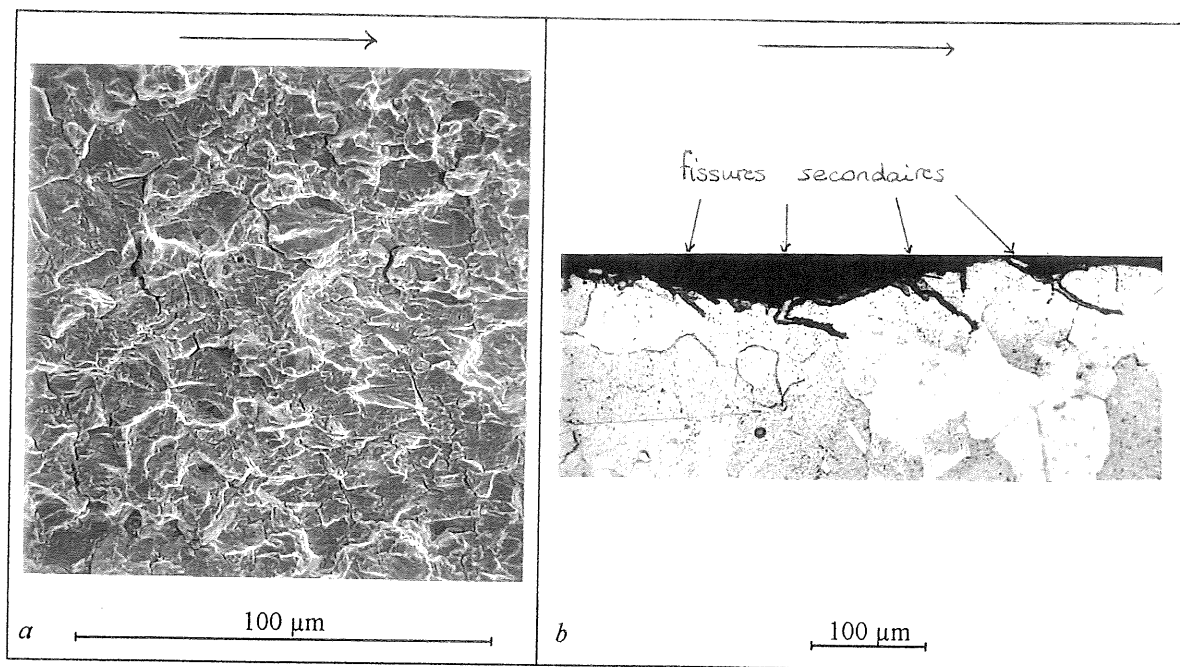


Figure D-13 : Mode de rupture après propagation dans l'hydrogène (ST2-1)
a - faciès de rupture b - vue en coupe

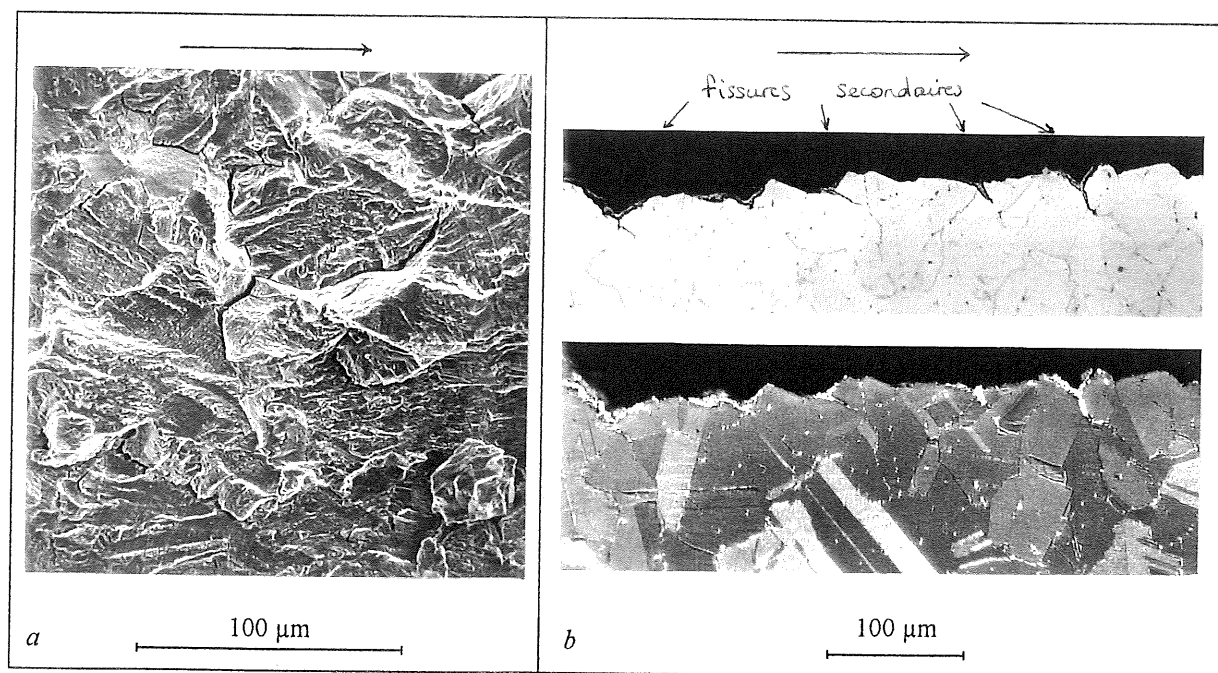


Figure D-14 : Mode de rupture après propagation dans la vapeur d'eau (ST2-2)
a - faciès de rupture b - vue en coupe

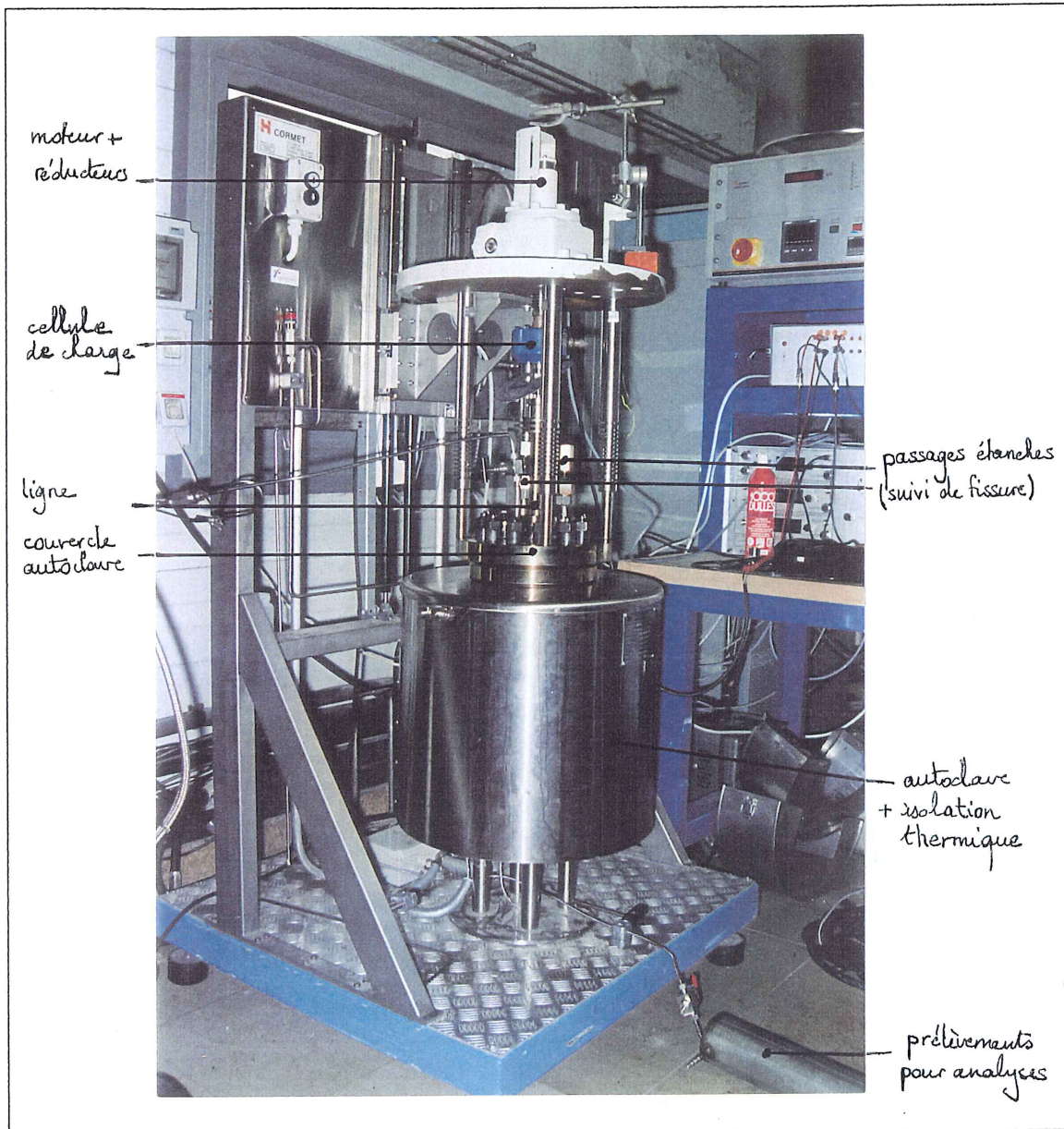


Figure D-15 : Machine utilisée pour l'essai de propagation de fissure dans le milieu primaire
Crédit photo : Centre Technique FRAMATOME, Le Creusot

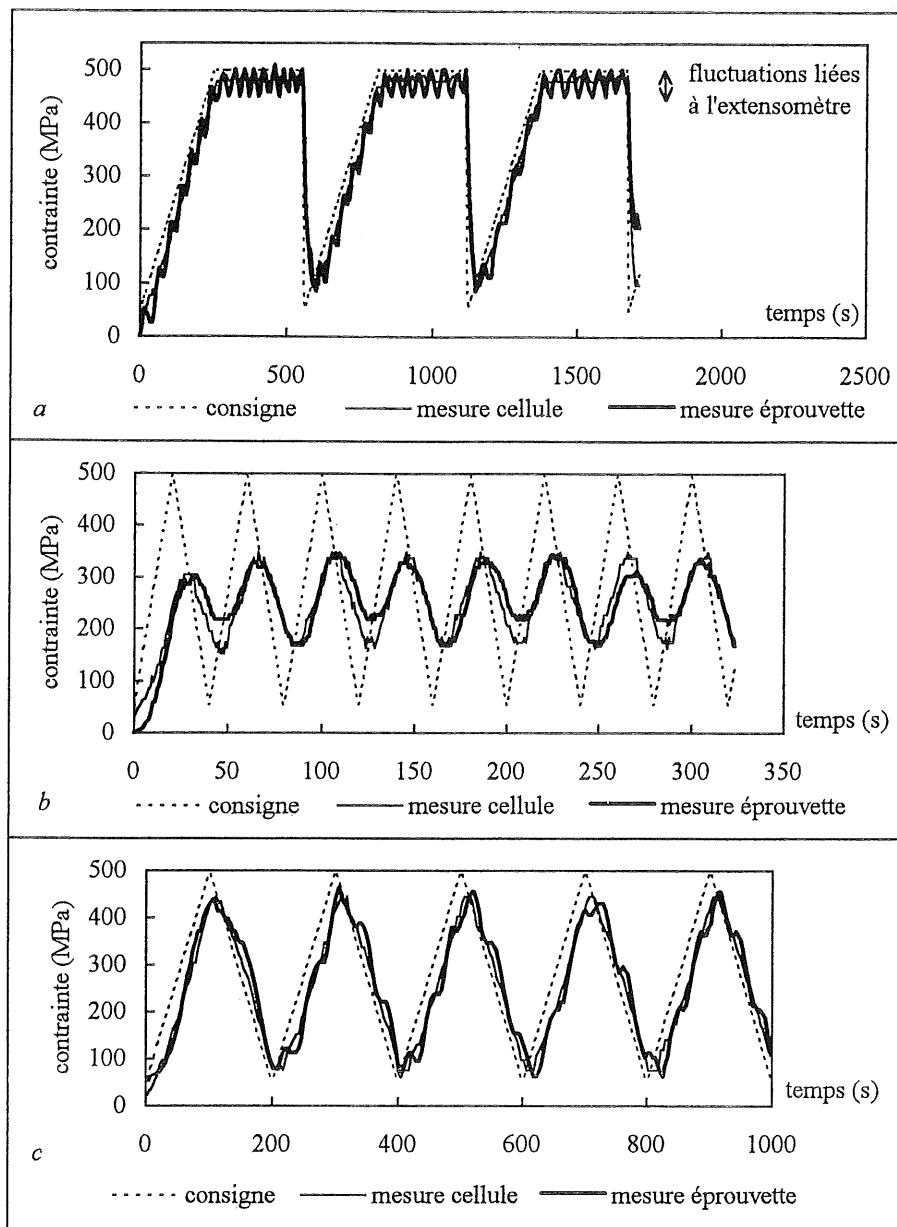


Figure D-16 : Etude du signal de charge et du pilotage de la machine utilisée pour les essais dans le milieu primaire

a - pilotage satisfaisant pour les cycles 250-300-10

b - pilotage insuffisant pour les cycles 20-20

c - pilotage correct pour les cycles 100-100

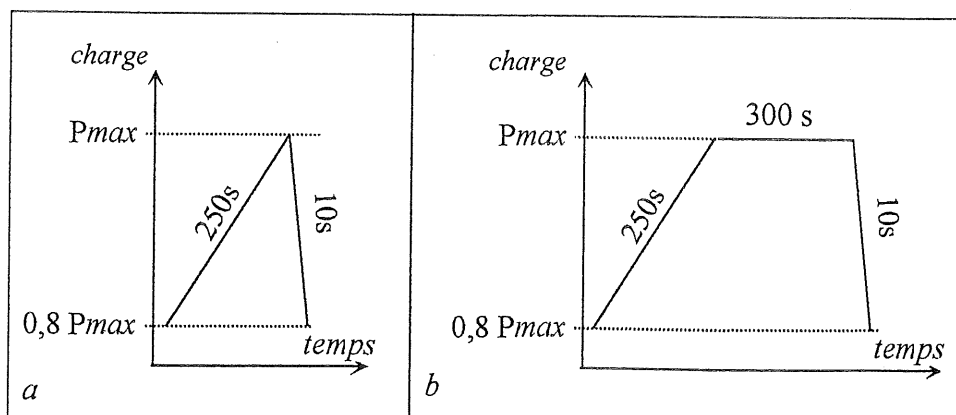


Figure D-17 : Cycles imposés à l'éprouvette SL2-1 dans le milieu primaire

a - cycle de fatigue continue 250-10

b - cycle de fatigue-fluage 250-300-10

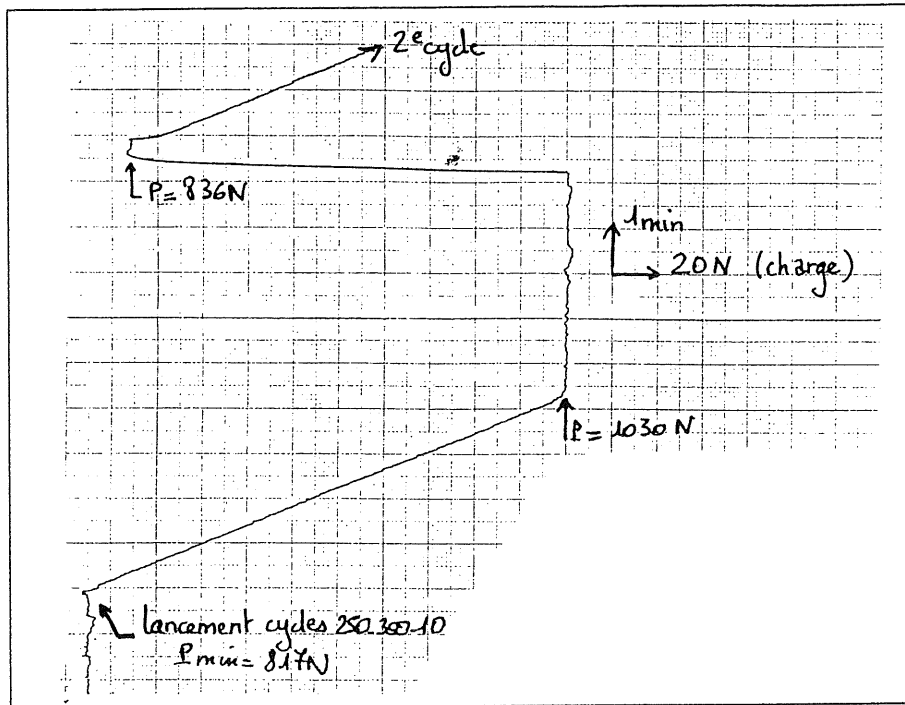


Figure D-18 : Cycle de fatigue-fluage réel relevé sur l'enregistreur

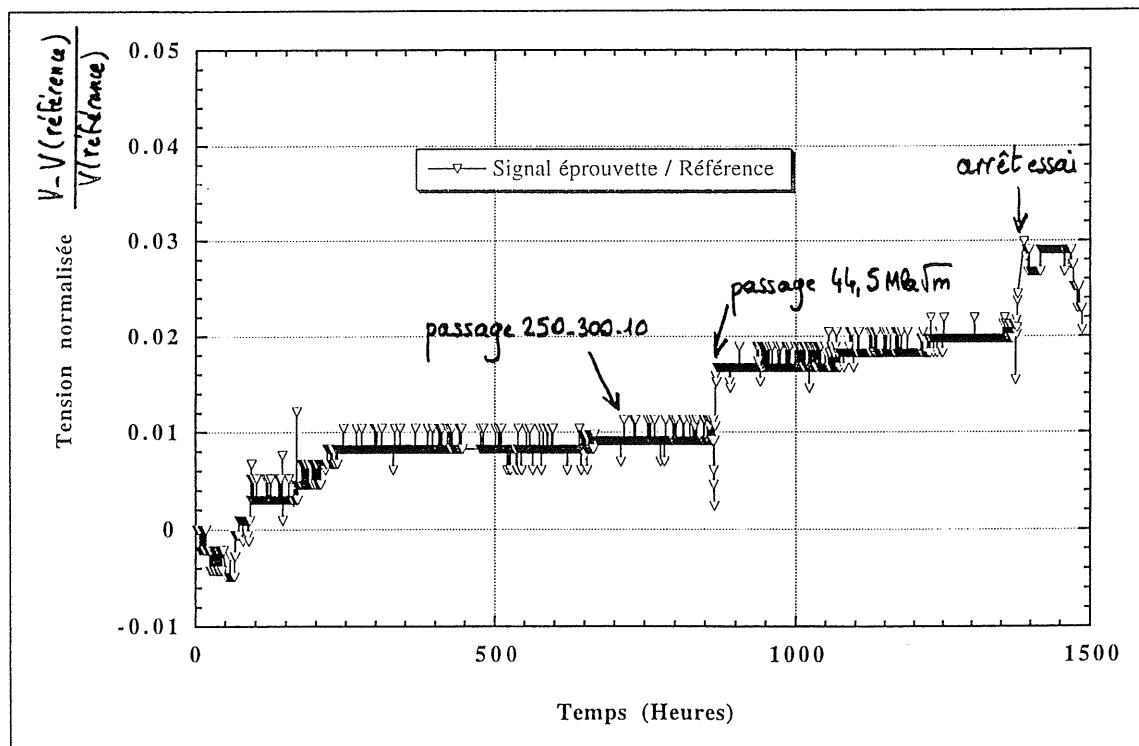


Figure D-19 : Signal électrique délivré par le suivi de fissure

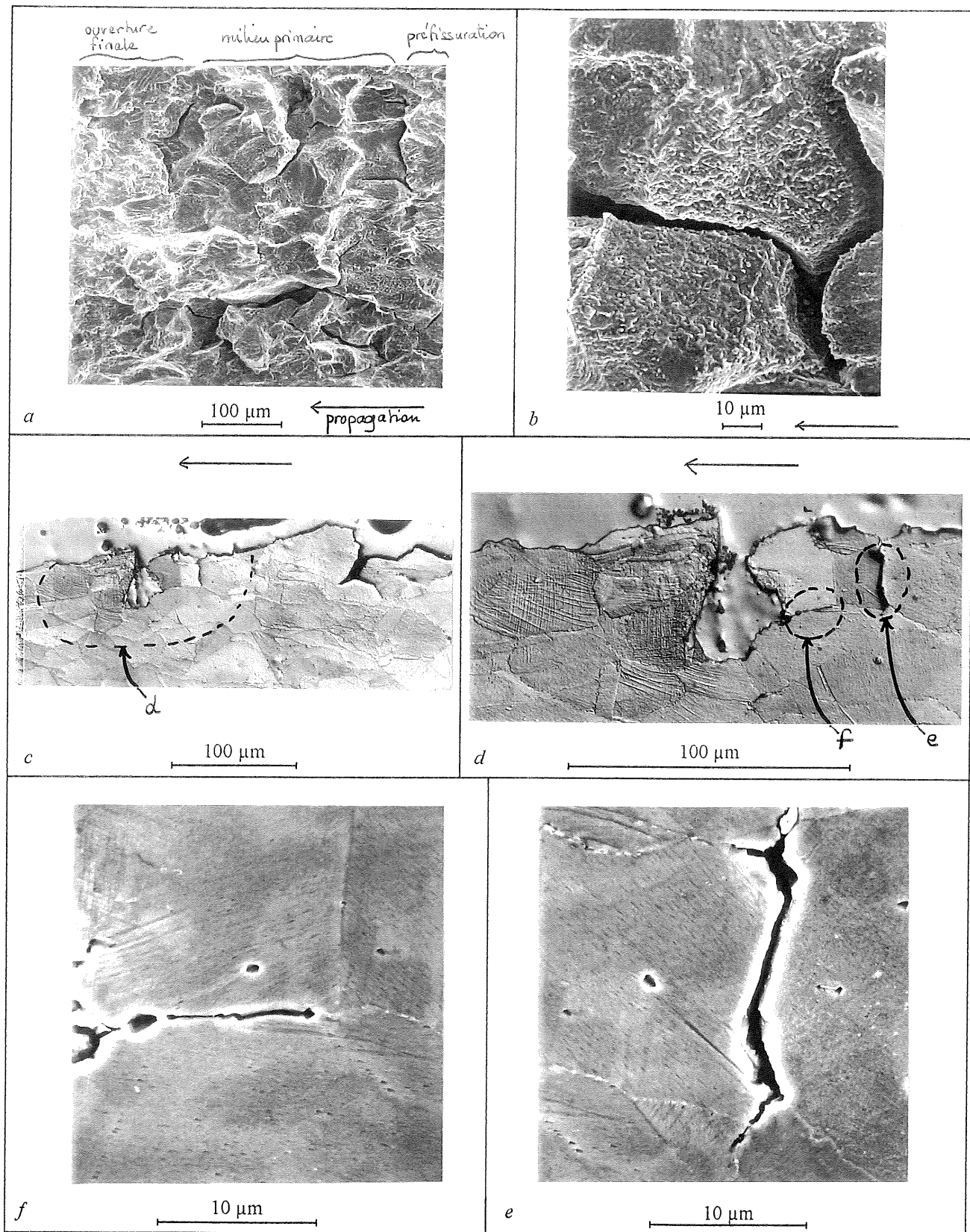


Figure D-20 : Fissuration de l'éprouvette SL2-1 dans le milieu primaire
 a et b - fractographie au MEB
 c et d - coupe polie et attaquée (Kalling), microscopie optique
 e et f - détails de la coupe polie : arrêt des fissures secondaires observé au MEB

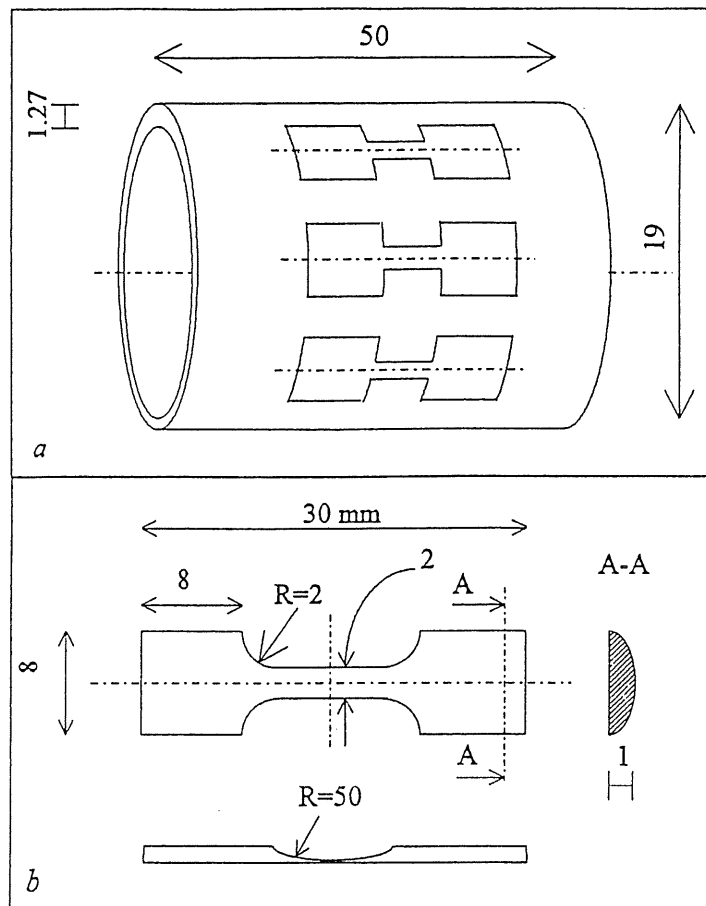


Figure D-21 : Prélèvement des éprouvettes minces
 a - sens de prélèvement dans le tube b - géométrie des éprouvettes

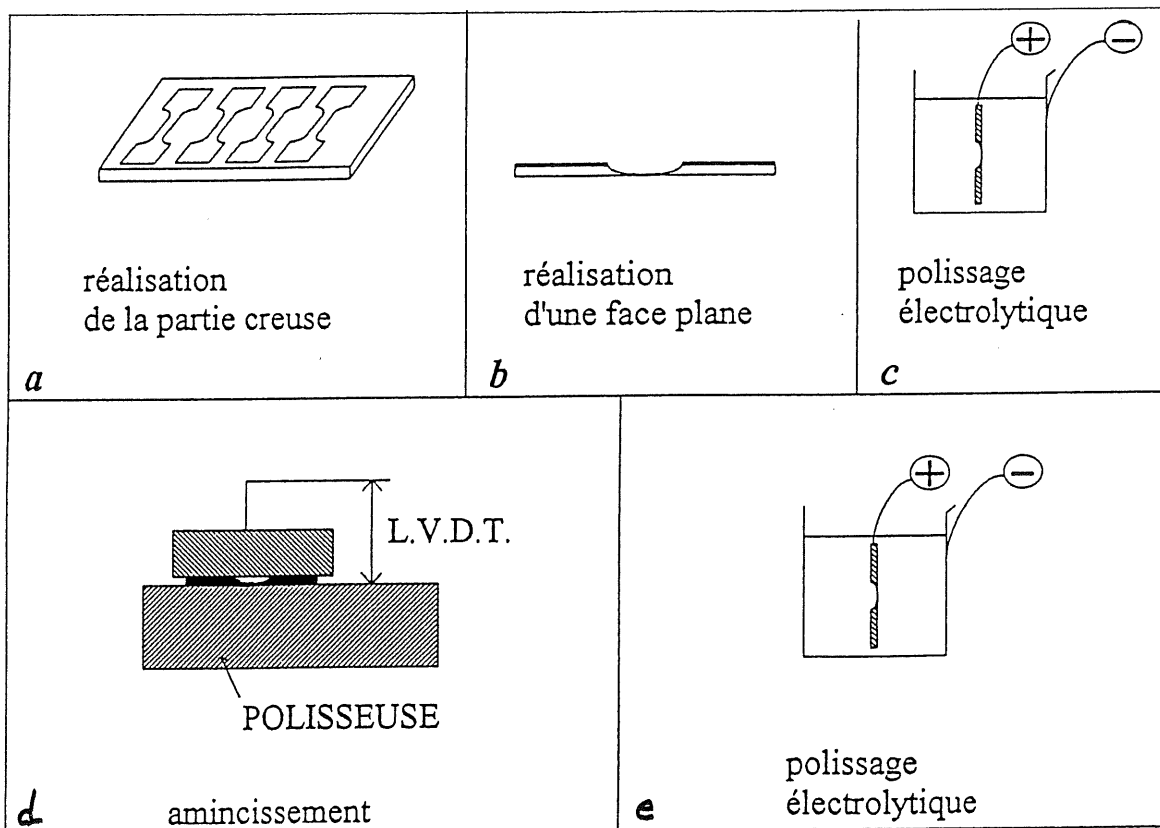


Figure D-22 : Réalisation des éprouvettes minces

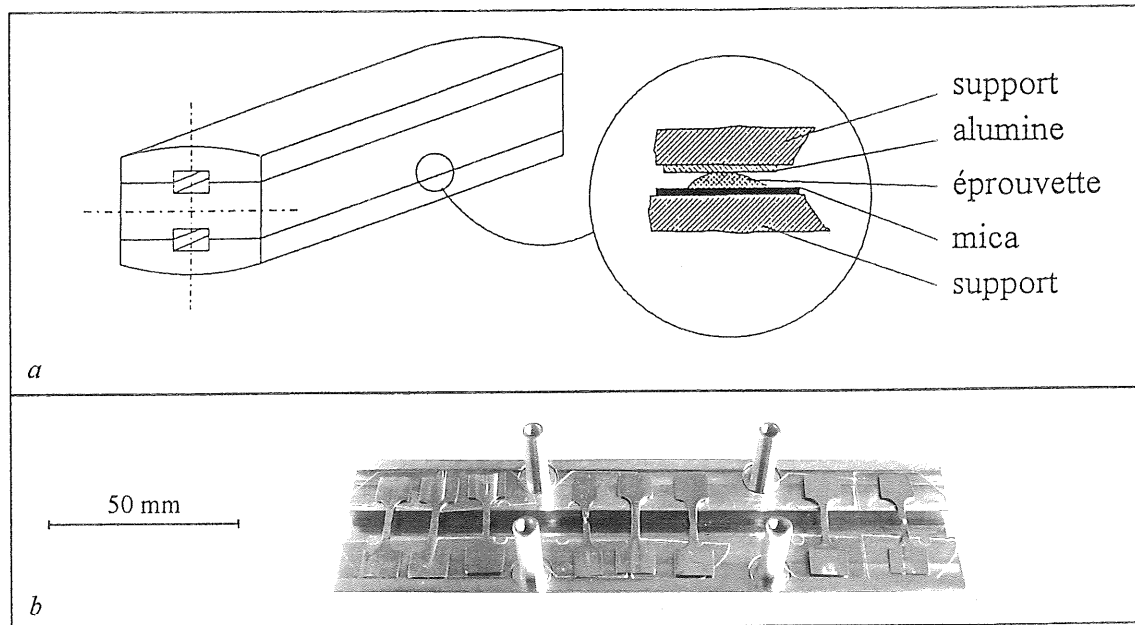


Figure D-23 : Montage destiné au séjour des éprouvettes minces dans le milieu primaire
a - schéma de principe b - vue du montage ouvert avec les éprouvettes

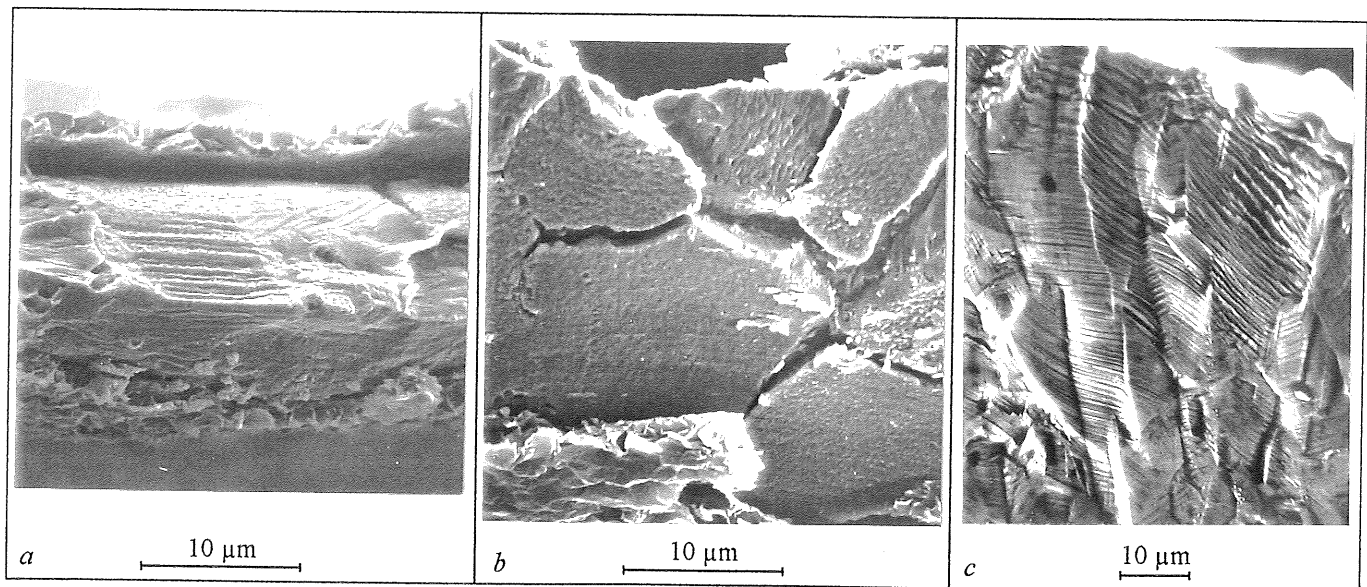
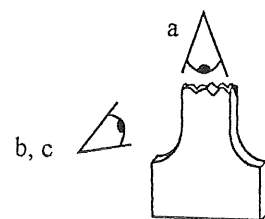


Figure D-24 : Mise en évidence de la fragilisation après rupture en traction

a - rupture par instabilité plastique

b - ouverture des joints de grains sur les faces

c - pas d'ouverture des joints de grains sans séjour dans le milieu primaire



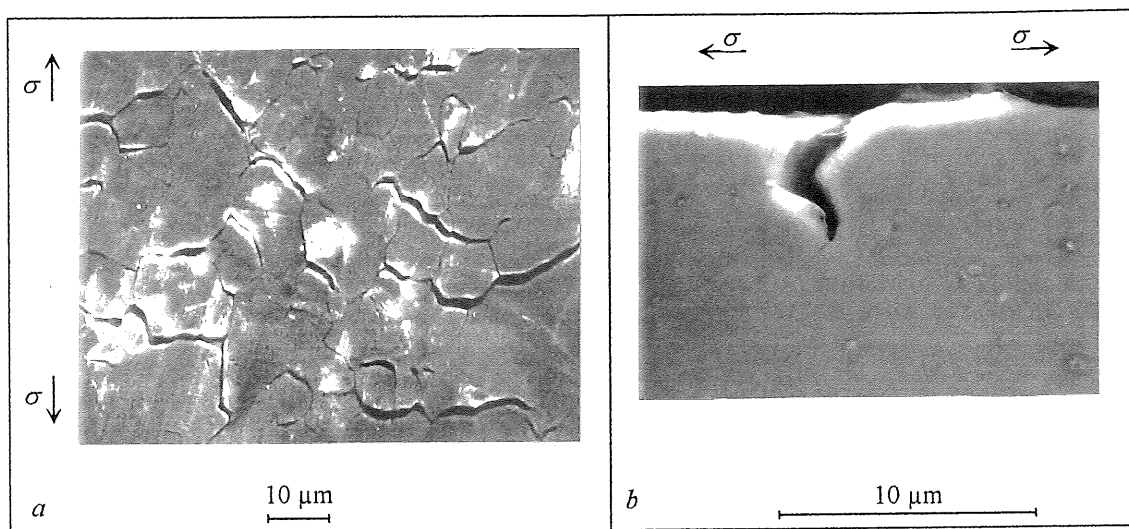


Figure D-25 : Fragilisation des joints de grains des têtes d'éprouvettes minces
a - en surface b - en coupe polie

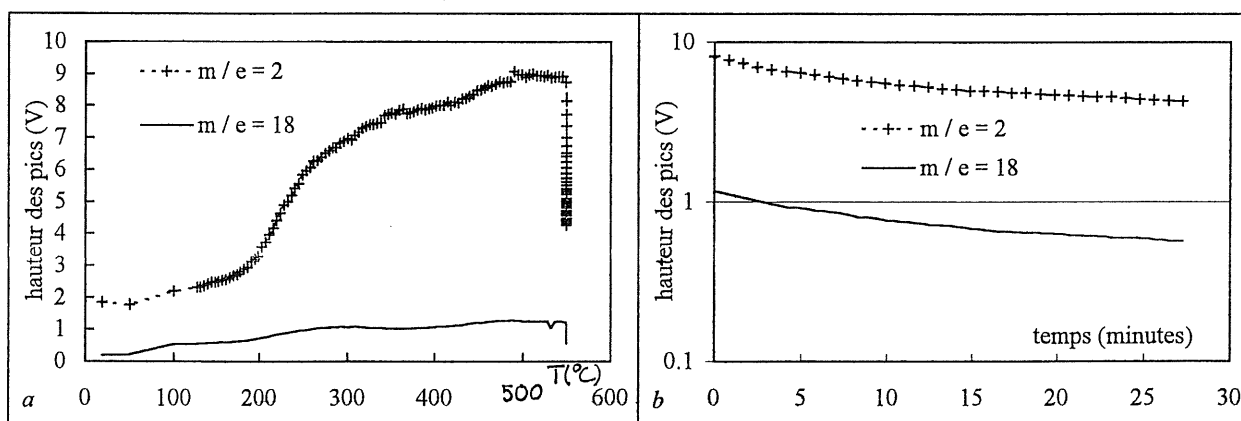


Figure D-26 : Pics de thermodesorption : hydrogène et vapeur d'eau

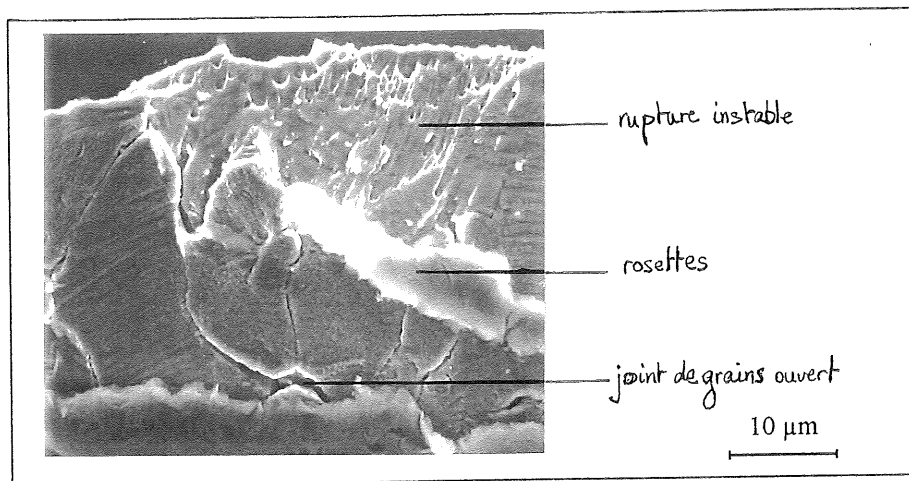


Figure D-27 : Fragilité rémanente après la thermodesorption

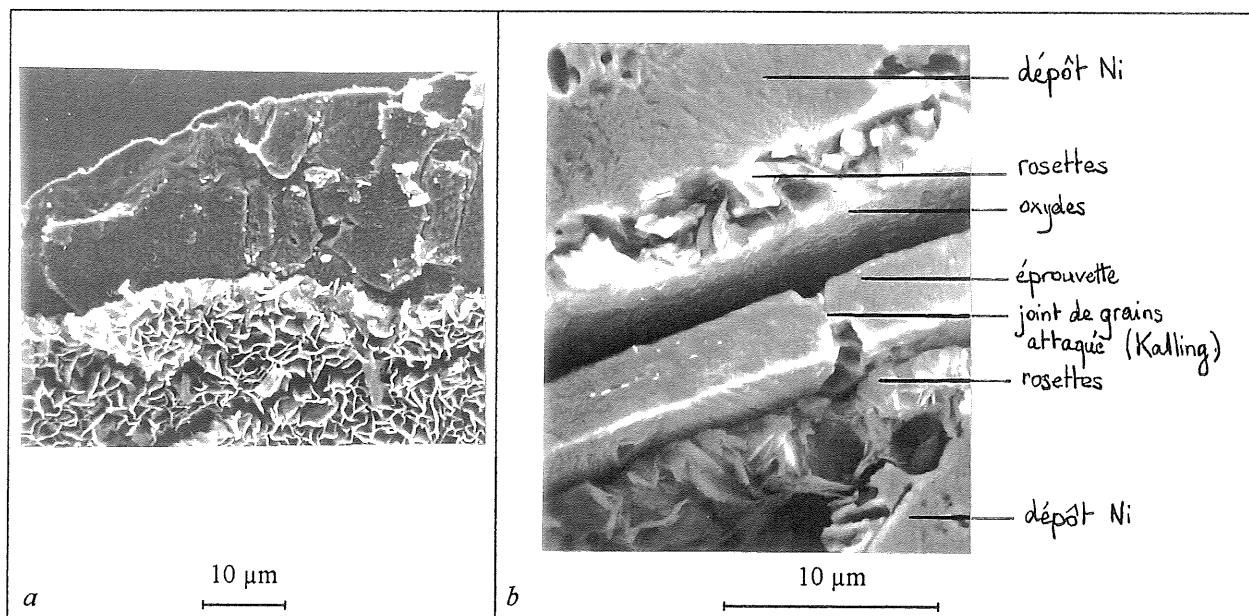
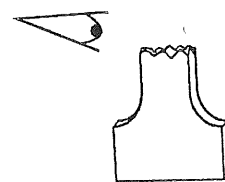
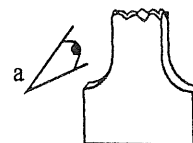


Figure D-28 : Morphologie des couches formées sur les éprouvettes minces

a - vue de dessus : rosettes

b - vue en coupe : rosettes et film compact sous-jacent (attaque Kalling)



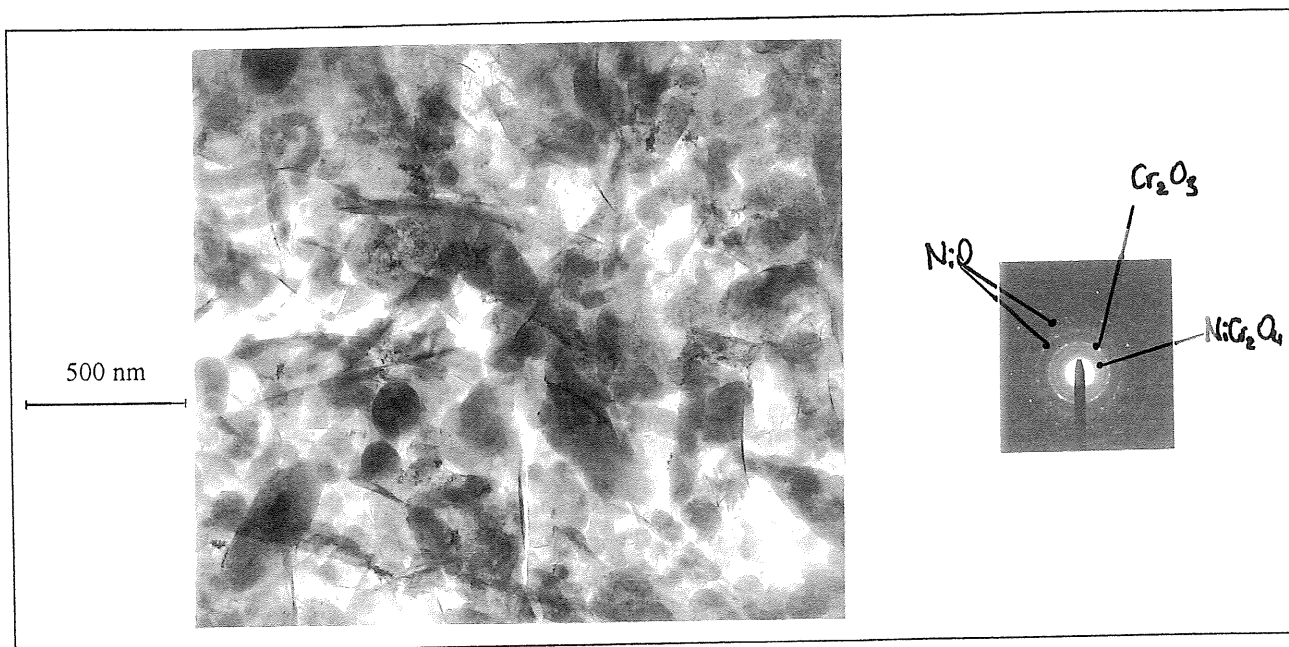


Figure D-29 : Couche d'oxydes vue au MET (champ clair)

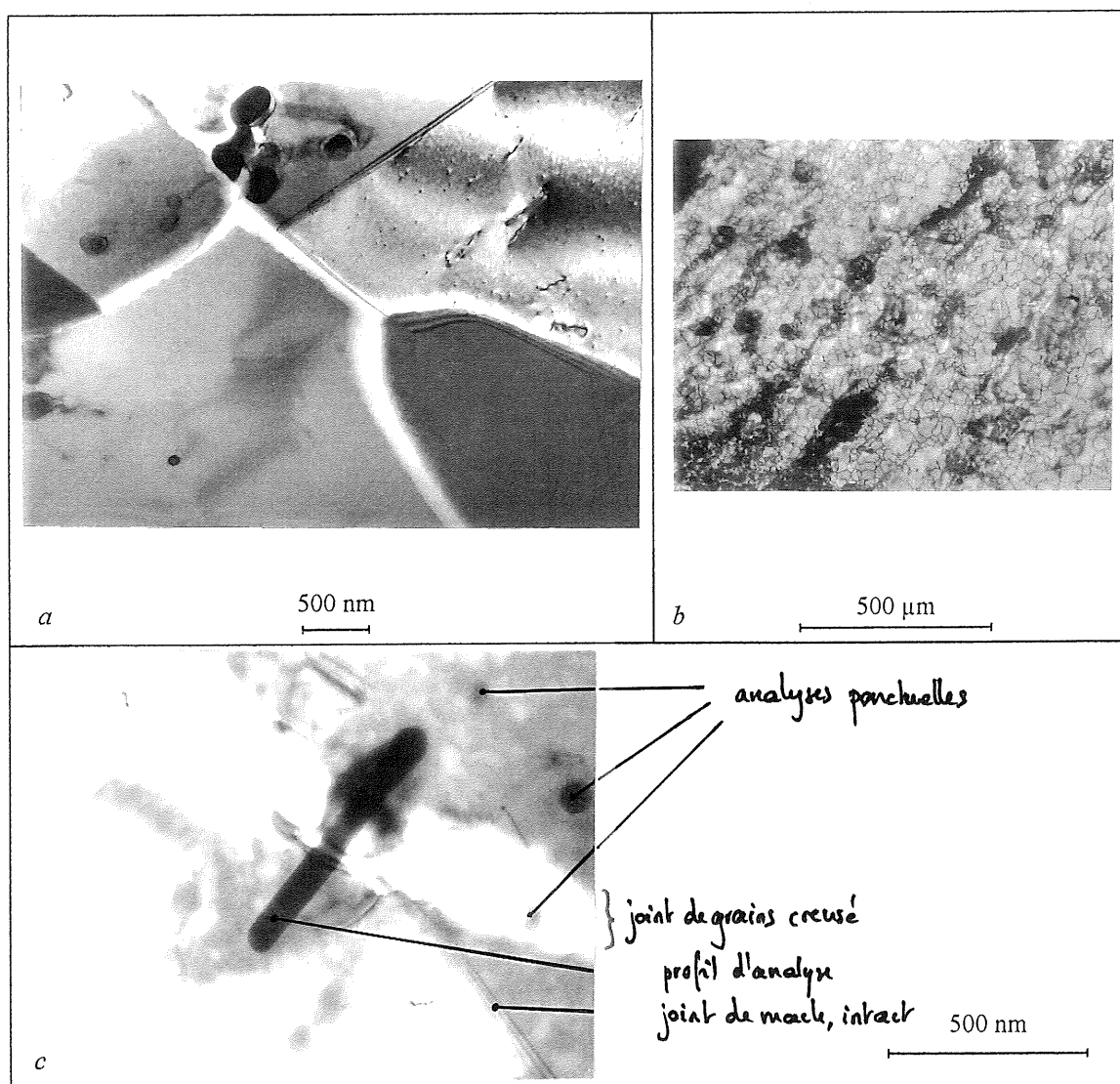


Figure D-30 : Observation de la couche fragilisée au MET

a - joints de grains creusés, sans précipitation ni cavitation (champ clair)

b - vue au microscope optique : joints de grains indentés par le polissage électrolytique et remplis d'oxydes

c - traversée d'un joint de grains en analyse, sans détection de ségrégation (champ clair)

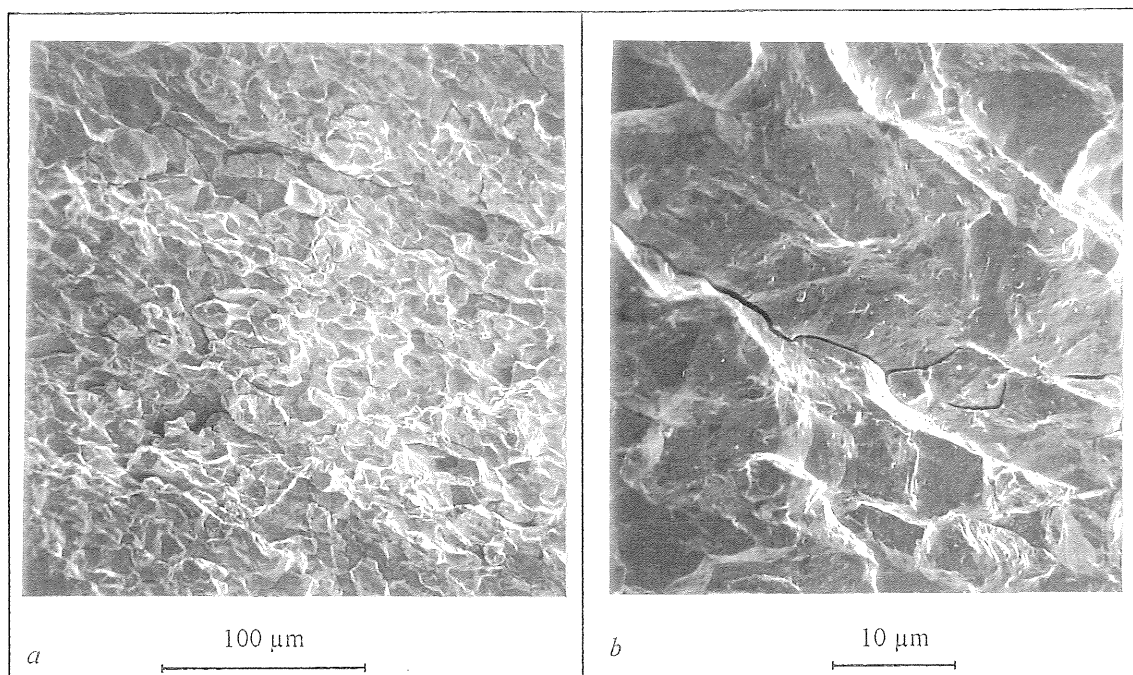


Figure D-31 : Fissuration d'une éprouvette selle de cheval exposée au dernier séjour

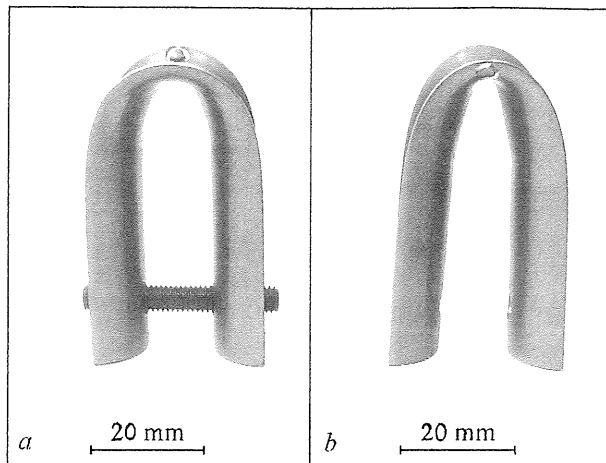
a - Fissuration principale intergranulaire

b - fissuration secondaire, très fine, intergranulaire

PROPAGATION DE FISSURE ASSISTEE PAR L'ENVIRONNEMENT

ENTRE 320 ET 400°C

ANNEXES



*Figure D-a1-1 : Eprouvettes selle de cheval exposées dans le milieu primaire
a - éprouvette exposée serrée b - éprouvette plus déformée, exposée non serrée*

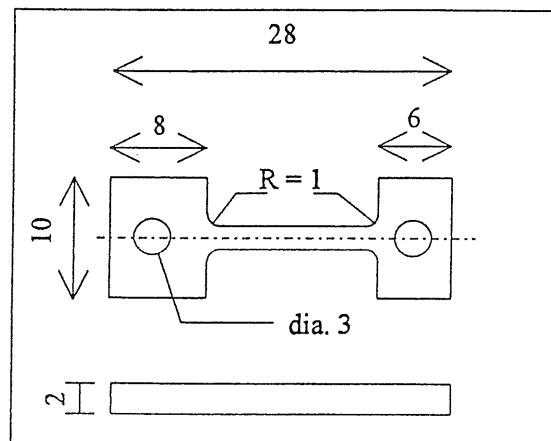


Figure D-a1-2 : Géométrie des éprouvettes de traction exposées en autoclave

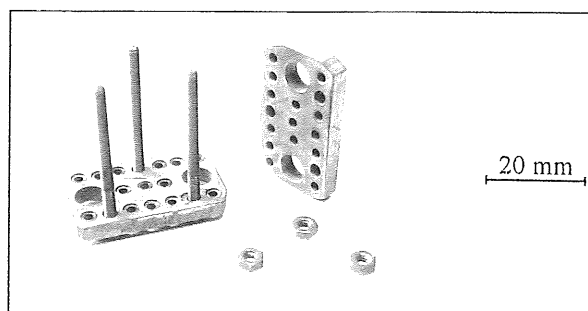


Figure D-a1-3 : Support utilisé pour l'exposition des lames minces

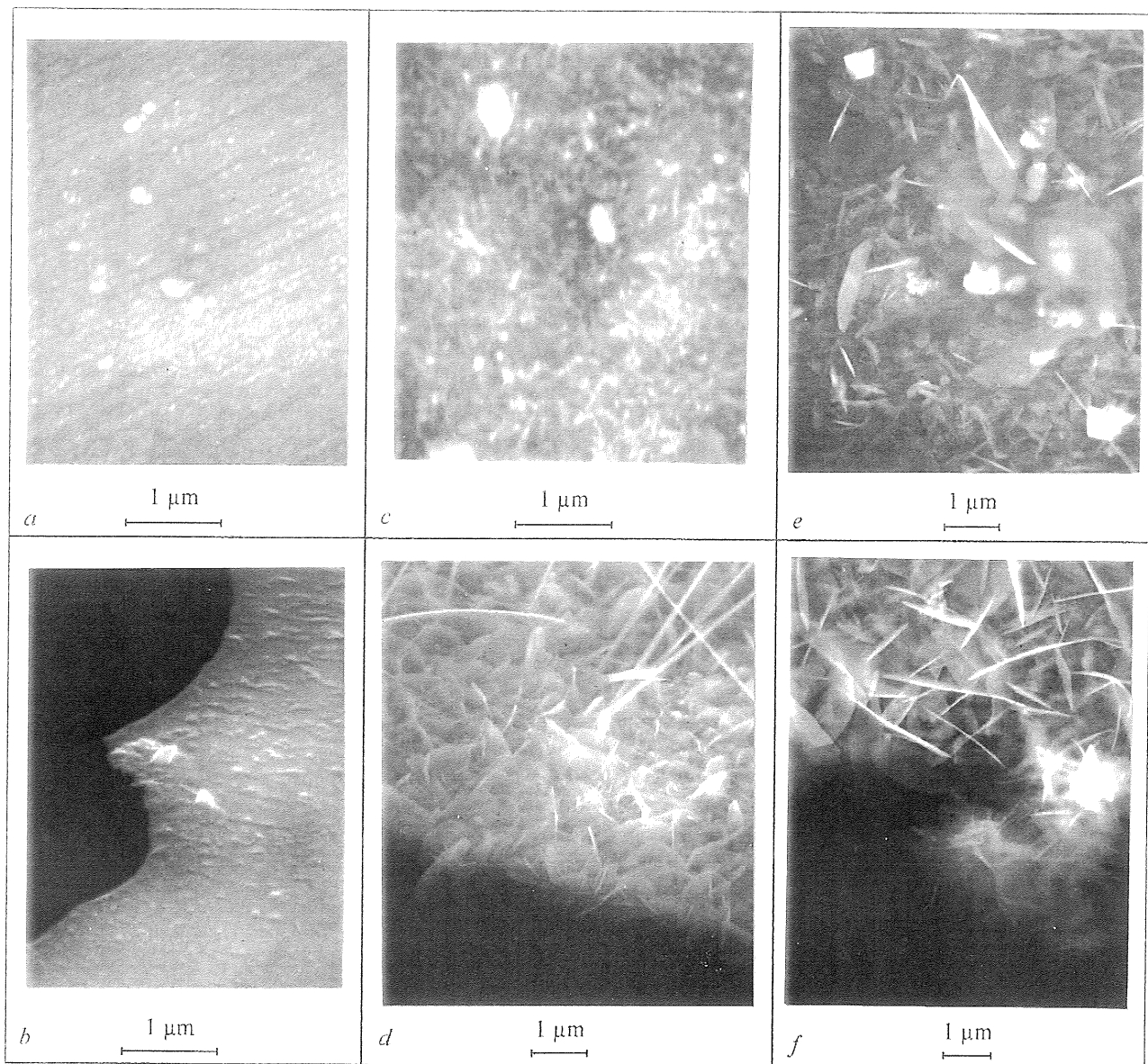


Figure D-a₁-4 : Morphologie des couches formées dans le milieu primaire (MEB)

a et b - 500 heures et 1,45 bar H_2 : plaque (a) et lame mince (b)
c et d - 500 heures et 0,01 bar H_2 : plaque (c) et lame mince (d)
e et f - 1150 heures et 1,95 bar H_2 : plaque (e) et lame mince (f)

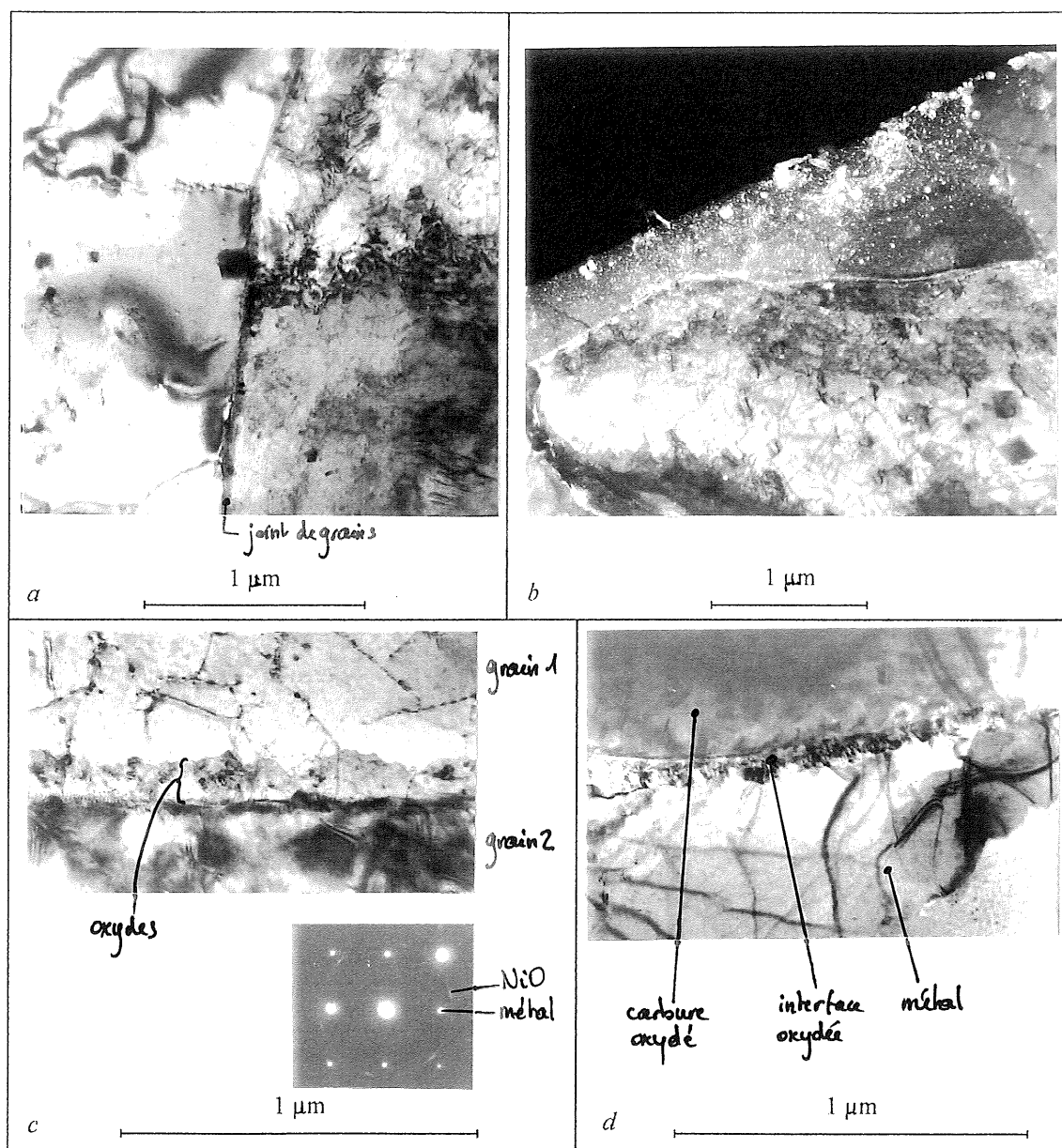


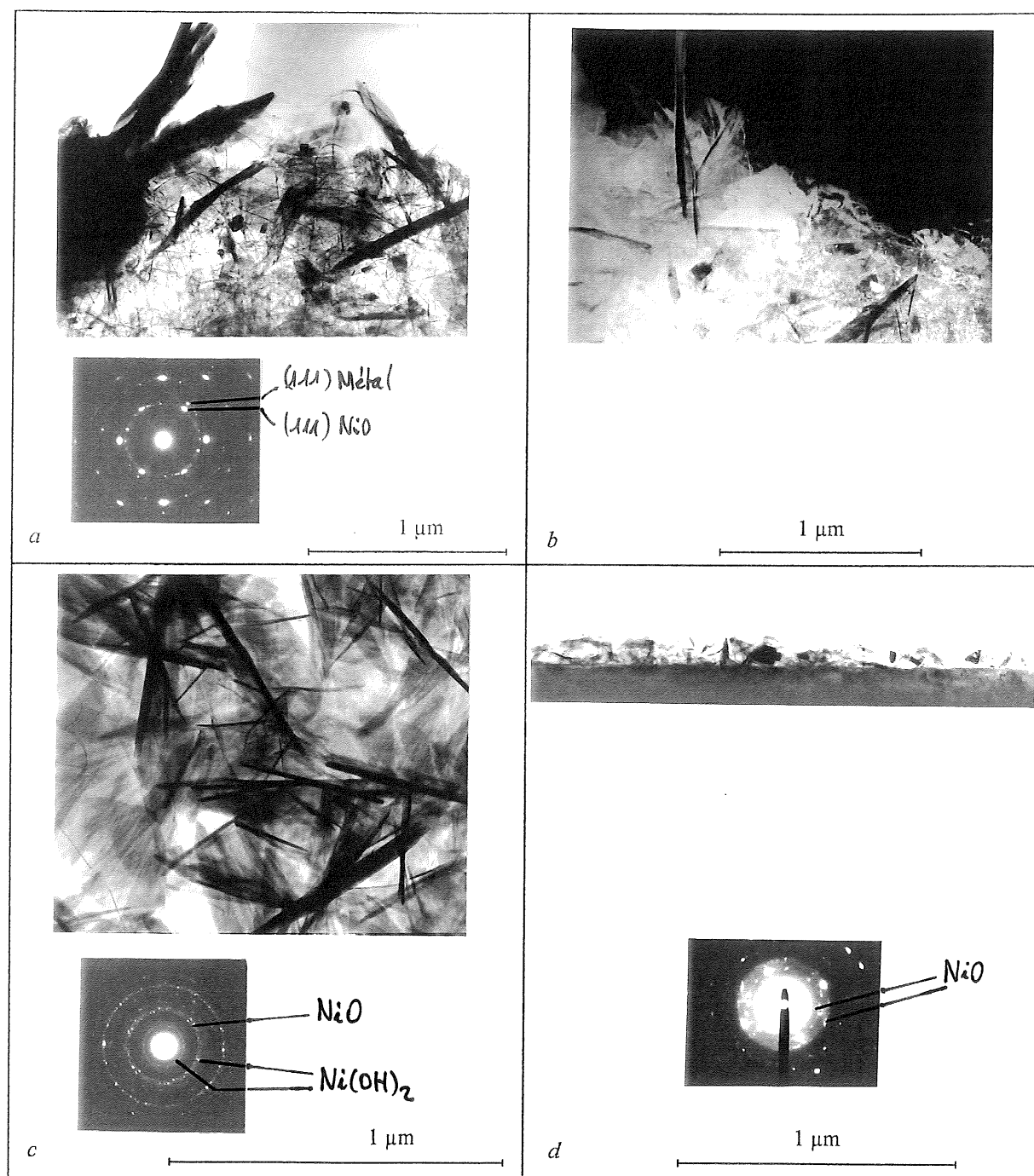
Figure D-a1-5 : Observation d'une lame exposée 500 heures sous 1,45 bar H_2

a - vue générale (champ clair)

b - illumination des petits oxydes en fond noir sur plusieurs taches $d_{hkl} = 2,47\text{\AA}$

c - joint de grains oxydé et grains recouverts de NiO (champ clair)

d - oxydation autour d'un carbure $M_{23}C_6$, $M \approx Cr$ (champ clair)



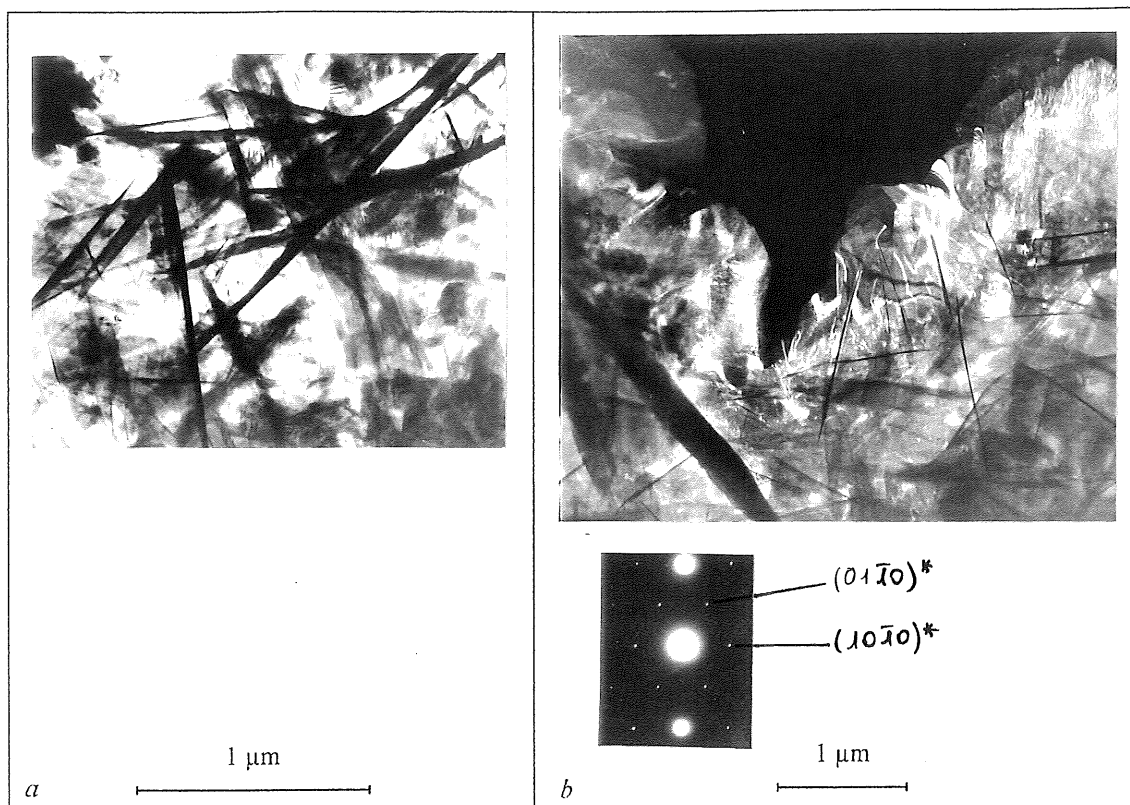


Figure D-a₁-7 : Observation d'une lame exposée 1150 heures sous 1,95 bar H₂

a - vue générale (champ clair)

b - fond noir sur les taches $(10\bar{1}0)^$ et $(01\bar{1}0)^*$ de Ni(OH)₂*

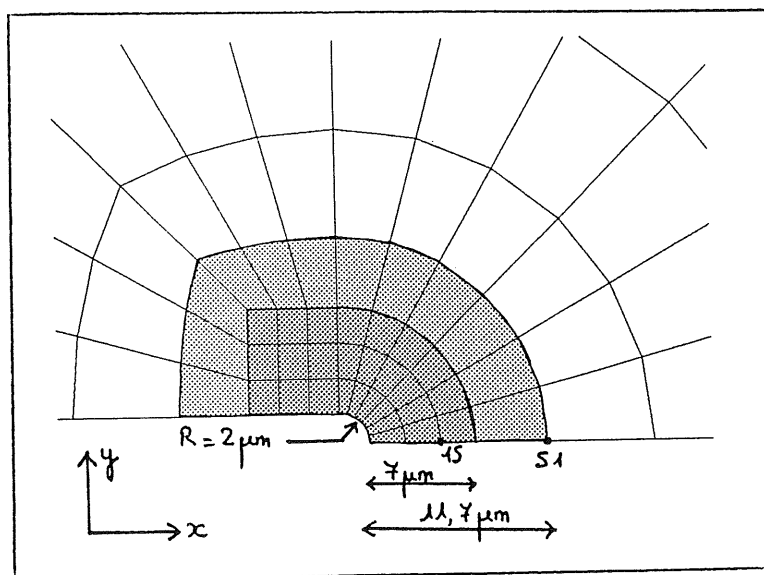


Figure D-a2-1 : Maillage et étendue de la zone affectée par l'environnement

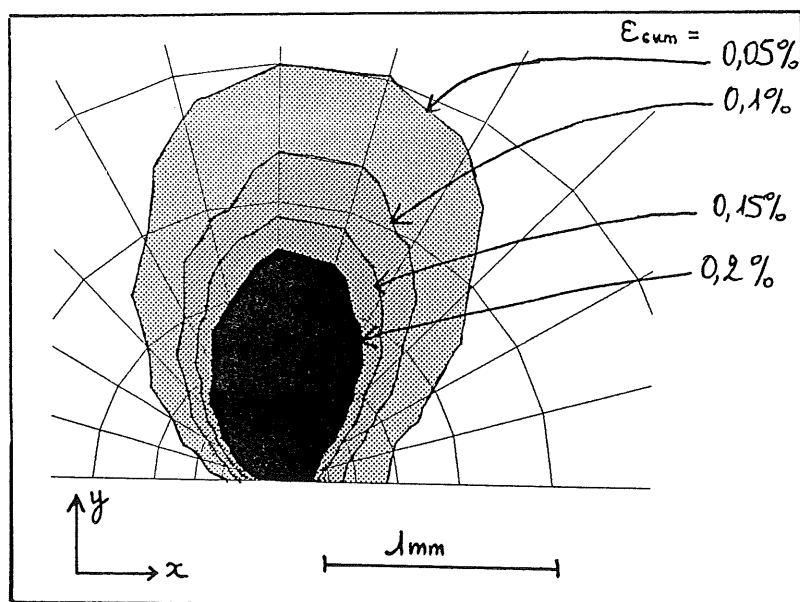


Figure D-a2-2 : Forme de la zone viscoplastique pour une ZAE de 7 μm

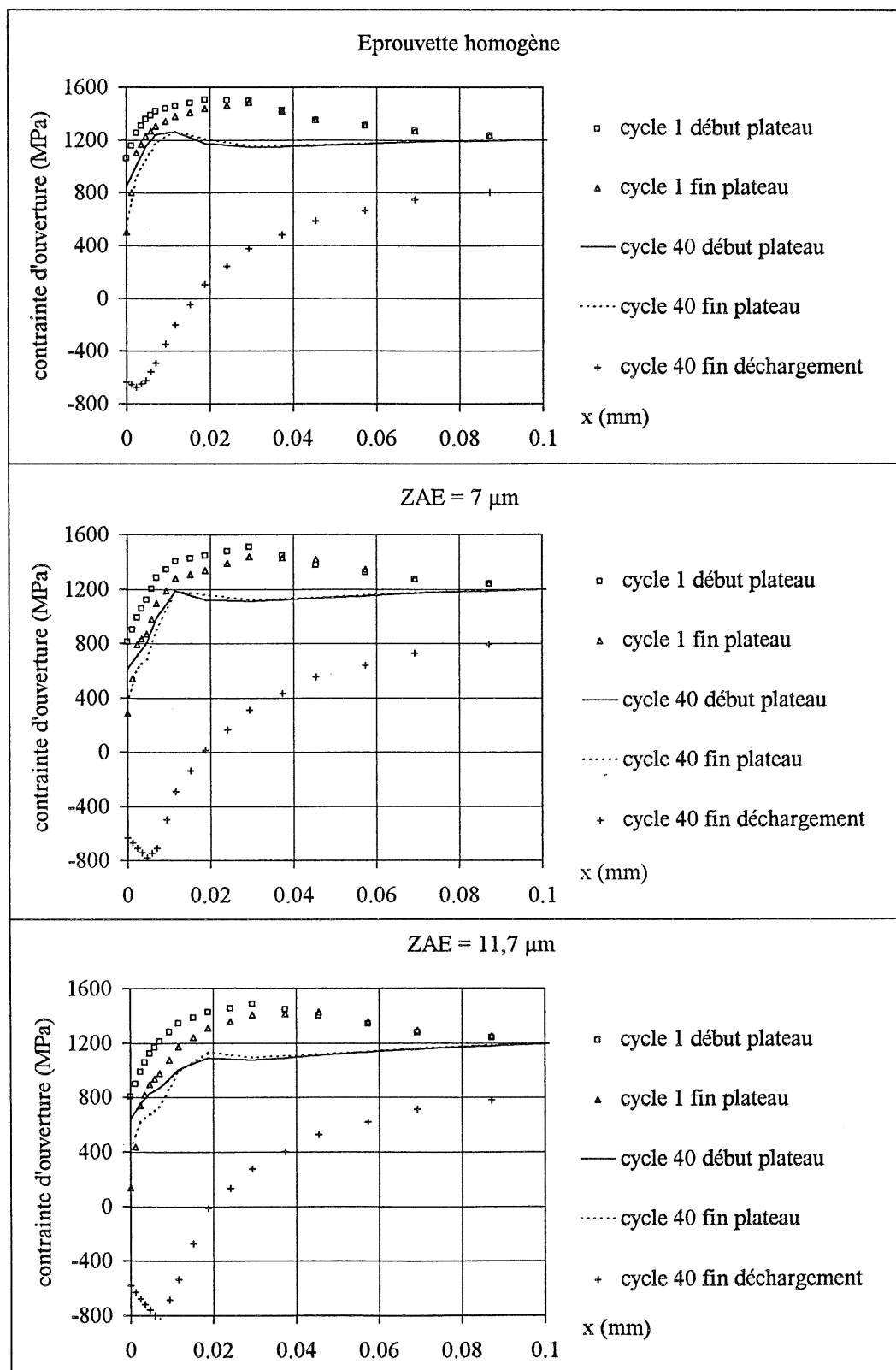


Figure D-a₂-3 : Contrainte d'ouverture sur le ligament

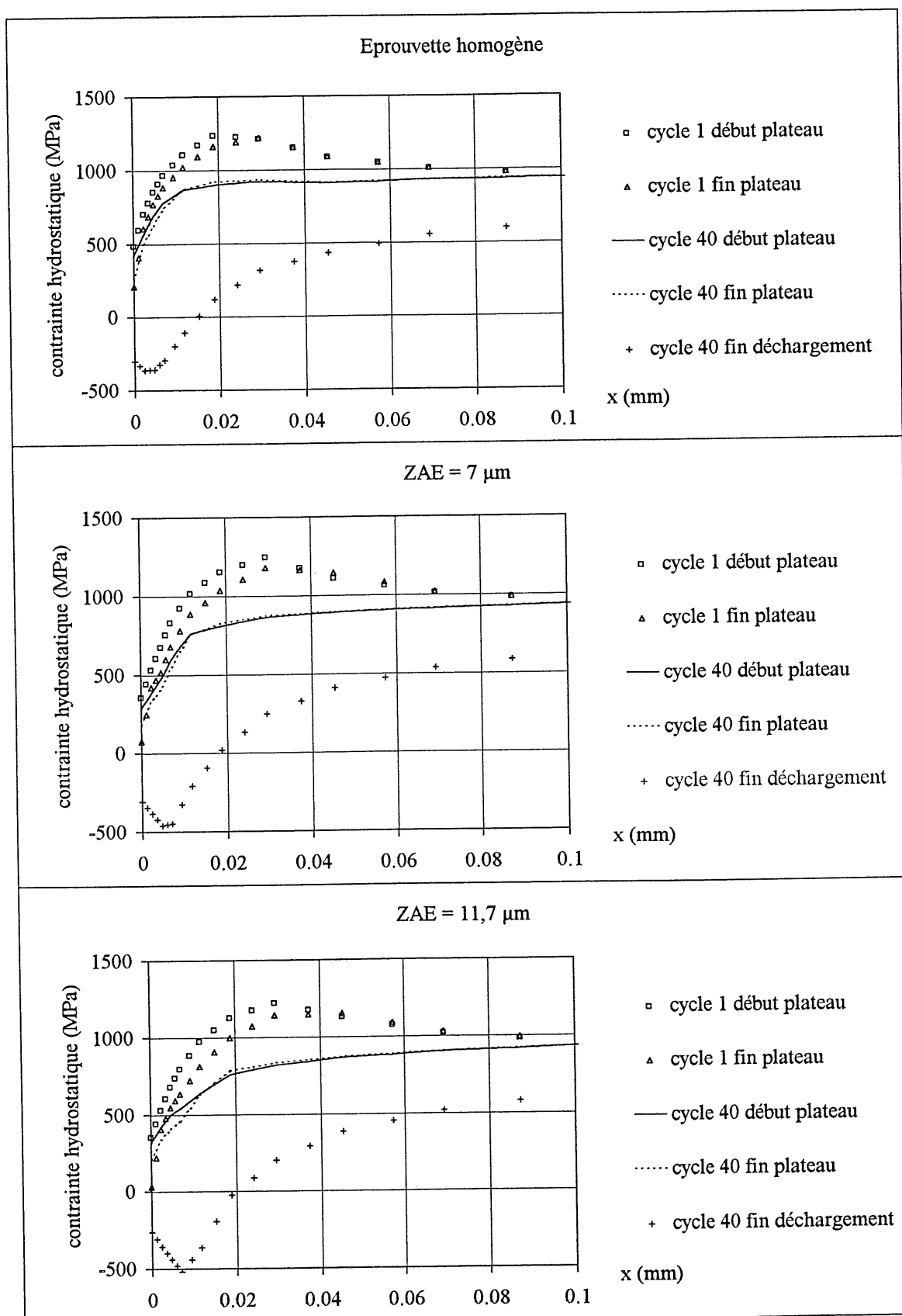


Figure D-a₂-4 : Contrainte hydrostatique sur le ligament

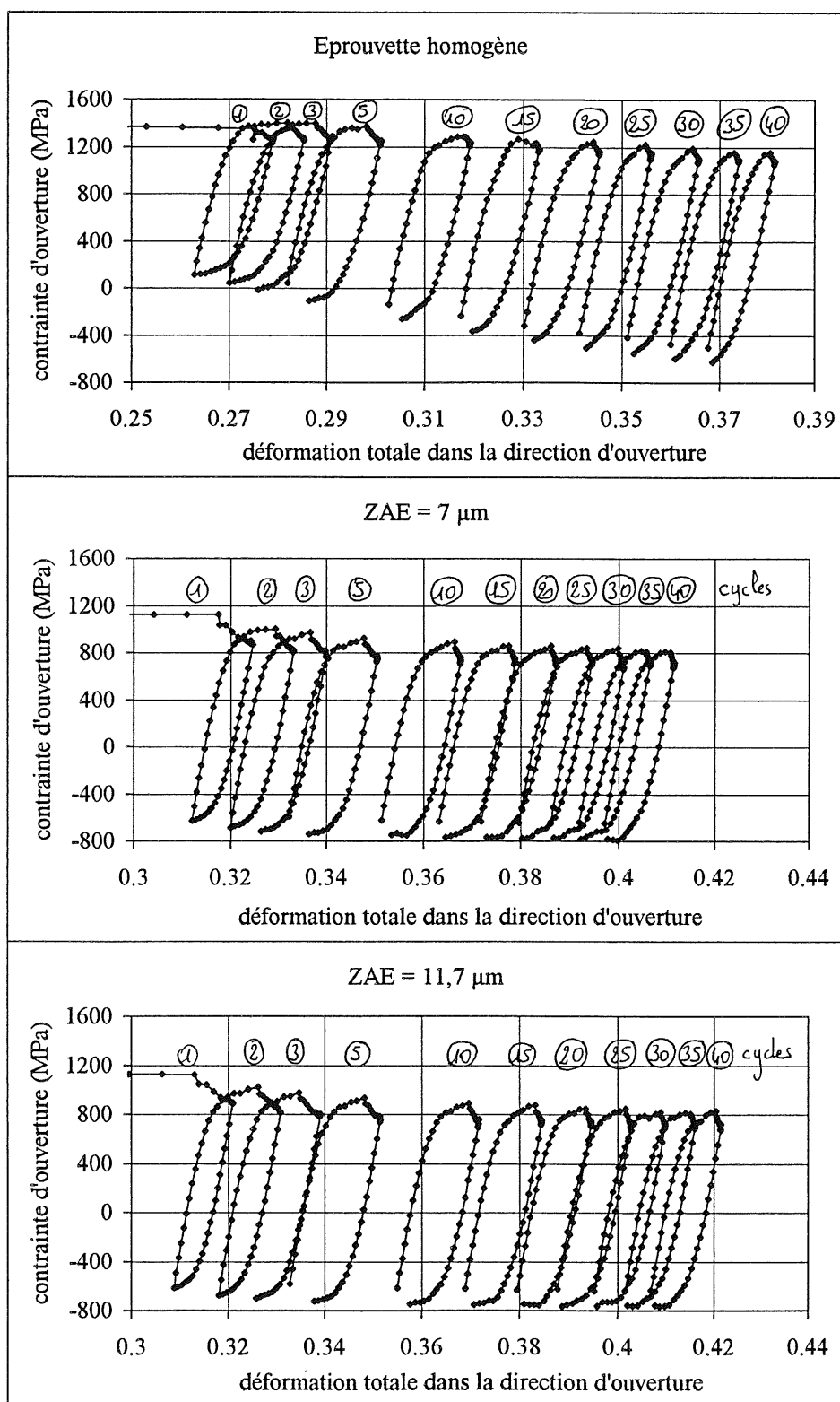


Figure D-a₂-5 : Courbes contrainte-déformation dans la direction d'ouverture : nœud 15

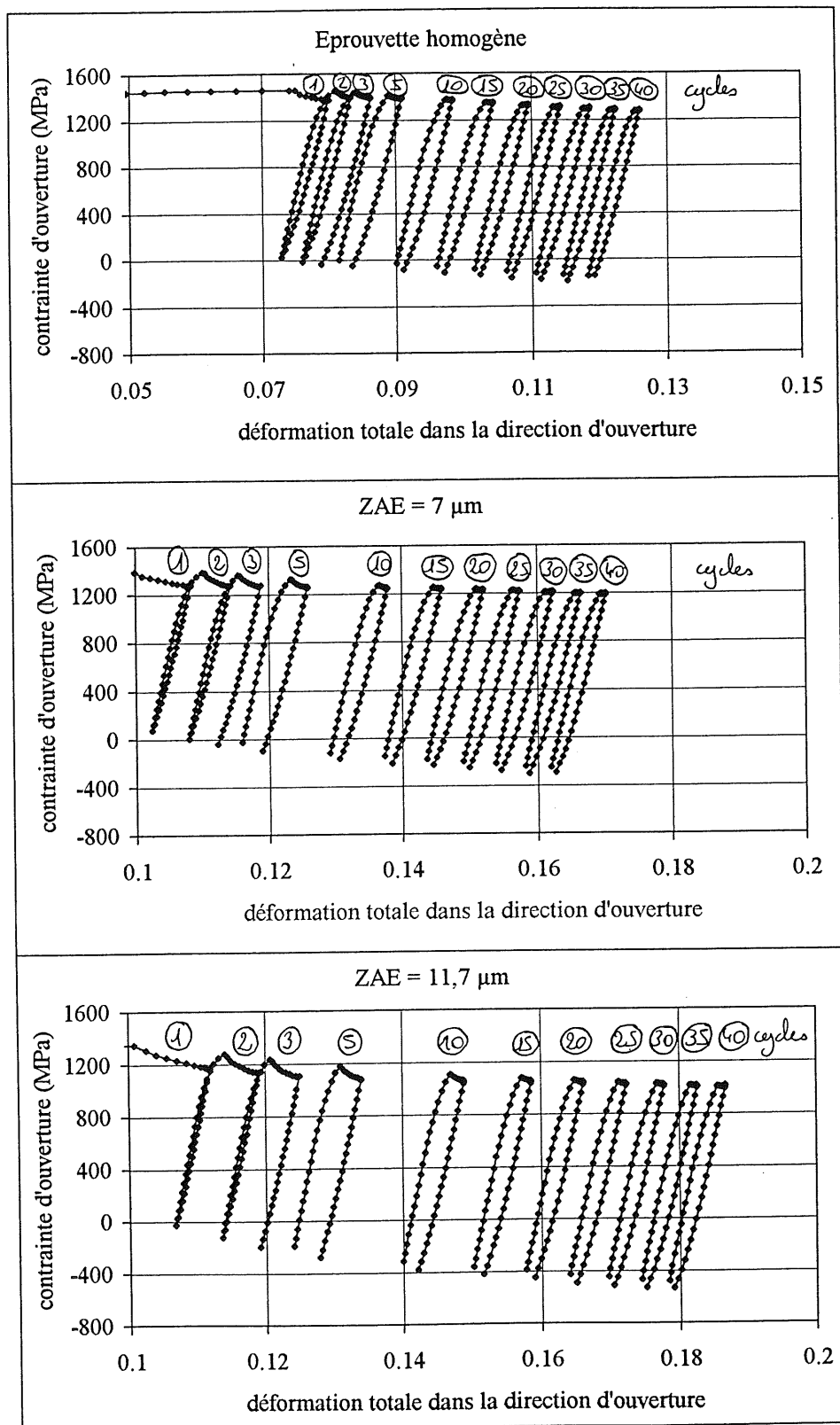


Figure D-a₂-6 : Courbes contrainte-déformation dans la direction d'ouverture : nœud 51

